

Anleitung zur Darstellung physiologisch-chemischer Praeparate

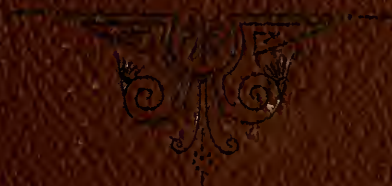
für

Mediciner und Chemiker

bearbeitet von

Professor Dr. E. Drechsel

Vorstand des Chemischen Laboratoriums
des Physiolog. Instituts der Universität Leipzig.



ANLEITUNG

ZUR

DARSTELLUNG PHYSIOLOGISCH CHEMISCHER PRÄPARATE

VON

DR. EDMUND DRECHSEL,
a. o. Professor der Medicin u. Vorstand der chemischen Abtheilung des physiologischen Instituts
der Universität Leipzig.

WIESBADEN.
VERLAG VON J. F. BERGMANN.
1889.

Buchdruckerei von Carl Ritter in Wiesbaden

Vorwort.

In dem Maasse, wie die Chemie für die Medicin an Bedeutung gewinnt, wächst auch für den Studirenden die Nothwendigkeit, sich eingehender mit dieser Wissenschaft zu beschäftigen. Er darf sich nicht mehr damit begnügen, mit reinen Substanzen, von anderer Hand dargestellt, einige Reactionen anzustellen, sondern er muss sich das Material für diese selbst bereiten, sei es durch Extraction aus Organen etc., sei es auf synthetischem Wege. denn nur auf diese Weise lernt er das Verhalten desselben gründlich kennen.

Um dem im chemischen Laboratorium arbeitenden Mediciner diese Aufgabe zu erleichtern, habe ich einige Vorschriften zusammengestellt, welche ihm Gelegenheit geben, die wichtigsten Körperbestandtheile und Stoffwechselproducte aus eigener Anschauung kennen zu lernen, sie in gewissen Fällen mit den Producten der Synthese zu vergleichen, und durch die Ausführung letzterer sich auch mit einigen Methoden der reinen Chemie vertraut zu machen. Damit auch der minder Geübte in den Stand gesetzt werde, nach den gegebenen Vorschriften zu arbeiten, sind diese etwas ausführlich gehalten; sie führen bei sorgfältigem Arbeiten stets zu guten Resultaten, und werden vielleicht auch manchem Chemiker als Ergänzung zu E. Fischer's trefflicher „Anleitung zur Darstellung organischer Präparate“ willkommen sein.

Leipzig, im Januar 1889.

E. Drechsel.

Inhalts-Verzeichniss.

1. **Fettsäuren:** $C_nH_{2n}O_2$ und **Glycerin:** $C_3H_5(OH)_3$.

20 g Kalihydrat werden gepulvert und unter gutem Umschütteln allmählig in 100 g absoluten (käuflichen) Alkohol eingetragen, wobei man allzustarke Erhitzung durch Einstellen in kaltes Wasser verhindert; wenn sich nichts mehr löst, lässt man absitzen und giesst die Lösung von dem schlammigen Rückstande klar ab. Dann erhitzt man 50 g Rindstalg (oder Schweinefett) in einem Kölbchen mit etwas Alkohol zum Schmelzen, setzt die alkoholische Kalilösung hinzu und erhitzt $^1/_2$—1 Stunde lang zum gelinden Kochen am Rückflusskühler. Wenn eine Probe der Flüssigkeit beim Verdünnen mit Wasser nicht mehr getrübt wird, nimmt man den Kolben vom Wasserbade, vermischt die alkoholische Lösung in einer Schale mit 5—600 cc Wasser, erhitzt wieder auf dem Wasserbade, bis der Geruch nach Alkohol verschwunden ist, und setzt dann so lange verdünnte Schwefelsäure zu, bis die Lösung deutlich sauer reagirt. Man lässt dann noch auf dem kochenden Wasserbade stehen, bis die abgeschiedenen Fettsäuren sich als eine ölige Schicht auf der Oberfläche angesammelt haben und lässt nun erkalten. Dann filtrirt man durch ein nasses Filter, wäscht die erstarrten Fettsäuren mit kaltem Wasser und krystallisirt dieselben aus heissem 80 $^0/_0$ Weingeist einmal um. Die Oelsäure ($C_{18}H_{34}O_2$) bleibt dabei so gut wie völlig in der Mutterlauge, während die Palmitin- ($C_{16}H_{32}O_2$) und Stearinsäure ($C_{18}H_{36}O_2$) grossentheils auskrystallisiren. Man bestimme den Schmelzpunkt des erhaltenen Gemenges, dann löse man dasselbe in kaltem Alkohol und fälle diese Lösung fractionirt mit einer alkoholischen Bleizuckerlösung (3 bis 4 Fractionen genügen); jeder Niederschlag wird mit Aether und Salzsäure geschüttelt und die Fettsäure durch Verdunstenlassen des Aethers erhalten. Bestimmt man dann wieder den Schmelzpunkt jeder einzelnen

Fraction, so erhält man für jede einen anderen — ein Beweis, dass die aus dem Fette abgeschiedene »Fettsäure« ein Gemenge ist. Die ersten Bleiniederschläge enthalten die kohlenstoffreichste Säure (Stearinsäure).

Das Glycerin ist in der ersten wässrigen Mutterlauge der Fettsäure enthalten und kann gewonnen werden, indem man die Flüssigkeit, mit etwas kohlensaurem Baryt oder Kalk versetzt, auf dem Wasserbade möglichst eindampft und den Rückstand mit Alkohol auszieht; diese Lösung ist wieder auf dem Wasserbade, so weit möglich, einzudampfen, der Rückstand mit absolutem Alkohol aufzunehmen und die Lösung wieder einzudampfen, wobei das Glycerin nun als farbloser, süss schmeckender Syrup zurückbleibt. Wird derselbe in einem Probirröhrchen mit etwas Kaliumbisulfat geschmolzen, so entwickeln sich äusserst stechend riechende, auch die Augen stark angreifende Dämpfe von Akroleïn (Akrylsäurealdehyd: $C_3 H_4 O$).

2. Harnstoff: $H_2N.CO.NH_2$.

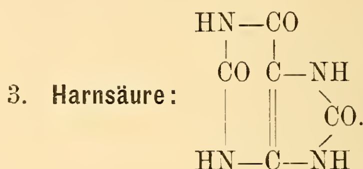
1. Aus Harn. Man dampft Harn ($^1/_2$—1 *l*) auf dem Wasserbade zum dünnen Syrup ein, kühlt diesen in Eiswasser ab und versetzt ihn unter gutem Umrühren mit dem circa 3fachen Volum ausgekochter und wieder auf 0° abgekühlter Salpetersäure von 1,3 spec. Gew., worauf man das Ganze noch einige Stunden bei 0° stehen lässt. Der Krystallbrei von salpetersaurem Harnstoff wird sodann auf einem Filter von Glaswolle oder Sand abgesaugt, ein paar mal mit kleinen Mengen eiskalter reiner concentrirter Salpetersäure gewaschen, in möglichst wenig heissen Wassers gelöst und wieder mit concentrirter Salpetersäure gefällt. Die neuerdings abgesaugten Krystalle werden in heissem Wasser gelöst, die Lösung durch etwas Chlorwasser oder eine kleine Menge chlorsauren Kalis entfärbt und hierauf mit kleinen Mengen reinen, kohlensauren Baryts versetzt, bis dieser sich nicht mehr löst, das Schäumen aufhört und die Lösung neutral ist. Dann dampft man auf dem Wasserbade bei mässiger Wärme völlig zur Trockne ein, pulverisirt den Rückstand und zieht ihn mit kaltem absolutem Alkohol aus, der den Harnstoff löst, die Barytsalze aber nicht. Die filtrirten alkoholischen Lösungen werden, wenn nöthig, durch Kochen mit Thierkohle entfärbt und zur Krystallisation bei mässiger Wärme eingedampft.

2. Synthetisch. Man erhitzt grob gepulvertes gelbes Blutlaugensalz ($Fe\,Cy_2 . 4\,K\,Cy + 3\,H_2O$; circa 250 g) in einer geräumigen Porzellanschale über freiem Feuer unter beständigem Umrühren, bis alles zu einem weisslichen Pulver zerfallen ist und gröbere Stückchen beim Zerdrücken keinen gelben Kern mehr zeigen (Bräunung tritt nur bei zu starker Hitze ein); das erhaltene Pulver wird noch möglichst fein zerrieben, mit der Hälfte seines Gewichtes an getrocknetem, fein gepulvertem Braunstein innig gemischt, und das Ganze am besten in einer sogenannten Eierkuchenpfanne aus Schwarzblech unter dem Abzuge unter Umrühren erhitzt, bis Verglimmen eintritt und die Masse teigig wird. Das Erhitzen wird fortgesetzt, bis eine Probe der Masse in Wasser gelöst nach dem Ansäuern mit Salzsäure durch Eisenchlorid nicht mehr blau gefällt wird. Dann lässt man erkalten, laugt die Masse mit kaltem Wasser aus, und setzt zu der Lösung $^3/_4$ vom Gewichte des trockenen Blutlaugensalzes an trockenem schwefelsaurem Ammon, filtrirt, und dampft bei circa 60—70° (bei welcher Temperatur das cyansaure Ammon in Harnstoff übergeht) auf dem Wasserbade ein. Dabei krystallisirt zunächst schwefelsaures Kali aus, welches man von Zeit zu Zeit entfernt; zuletzt dampft man zur Trockne ab, und zieht aus dem trocknen Rückstande den Harnstoff mit absolutem Alkohol aus, wie oben angegeben.

Der Harnstoff krystallisirt in langen, salpeterähnlichen Prismen, welche auf dem Platinblech erhitzt schmelzen (bei 132°) und sich unter starkem Schäumen ohne Rückstand verflüchtigen; bleibt ein solcher beim Glühen zurück, so ist der Harnstoff nicht rein und muss nochmals aus Alkohol umkrystallisirt werden.

Er löst sich äusserst leicht in Wasser, die nicht zu verdünnte Lösung wird durch concentrirte Salpetersäure oder Oxalsäure krystallinisch gefällt ($CO(NH_2)_2 . HONO_2$; $2\,CO(NH_2)_2 . C_2O_2(OH)_2 + H_2O$), ferner durch salpetersaures Quecksilberoxyd, nicht durch Quecksilberchlorid. Mit salpetrigsaurem Natron und Schwefelsäure oder mit Natronlauge, in der etwas Brom aufgelöst worden, zersetzt er sich unter heftigem Aufschäumen (Stickstoff, Kohlensäure). Erhitzt man eine kleine Menge trocknen Harnstoffs in einem wagerecht gehaltenen Röhrchen, so schmilzt derselbe, zersetzt sich dann unter starkem Aufschäumen und hinterlässt einen festen weissen Rückstand; gleichzeitig bildet sich ein geschmolzenes Sublimat, welches beim Erkalten theilweise krystallisirt (Biuret), theils porzellanartig weiss erstarrt, und, weiter von der Probe entfernt, ein weisses pulveriges Sublimat (carbaminsaures Ammon). Löst man nach

dem Erkalten das krystallisirte Sublimat in wenig Wasser, giesst vom weissen Rückstande ab, setzt der Lösung einen Tropfen verdünnter Kupferlösung und dann überschüssige Natronlauge zu, so erhält man eine rothe Färbung (Biuretreaction); der weisse Rückstand, in wenig Ammoniak heiss gelöst und filtrirt, giebt mit ammoniakalischer Kupferlösung nach einiger Zeit violette Kryställchen (cyanursaures Cuprammoniumoxyd).



1. Aus Schlangenexcrementen. Die pulverisirte Masse wird in einer Porzellanschale mit 15—20 Theilen Wasser zum beginnenden Sieden erhitzt, durch vorsichtigen Zusatz kleiner Mengen concentrirter Kali- oder Natronlauge gelöst und gekocht, bis der Geruch nach Ammoniak verschwunden ist. Dann wird filtrirt und das Filtrat mit Kohlensäuregas gesättigt, wobei ein anfangs gelatinöser, später körnig werdender Niederschlag von saurem, harnsaurem Alkali entsteht. Derselbe wird abgesaugt, mit kleinen Mengen eiskalten Wassers gewaschen, noch feucht in überschüssige, kochende, verdünnte Salzsäure eingetragen und mit derselben einige Zeit unter Umrühren im Sieden erhalten. Nach dem Erkalten wird die ausgeschiedene Harnsäure abfiltrirt, mit kaltem Wasser völlig ausgewaschen und getrocknet. Sollte dieselbe nicht ganz weiss sein, so kann man sie durch Lösen in Alkali, Fällen mit Kohlensäure etc. reinigen; oder man vertheilt sie in Wasser und löst sie in der Kälte durch allmähligen Zusatz von Natriumamalgam; nach dem Abfiltriren der ungelöst gebliebenen Verunreinigungen fällt man wieder mit Salzsäure.

2. Aus menschlichem Harn. Man versetzt denselben (1 bis $1^1/_2\,l$; wenn nöthig nach vorherigem Einengen auf dem Wasserbade) in der Kälte mit concentrirter Salzsäure bis zur stark sauren Reaction und lässt einen Tag lang an einem kühlen Orte stehen. Die Harnsäure scheidet sich dann in meist dunkel gefärbten charakteristischen Kryställchen aus, welche auf einem Filter gesammelt, mit kaltem Wasser gewaschen und dann getrocknet werden.

Die reine Harnsäure ist schneeweiss, in Wasser sehr schwer löslich, zersetzt sich bei starkem Erhitzen. In verdünnter Salpetersäure löst sich dieselbe beim Erwärmen leicht unter Gasentwicklung auf; dampft man diese Lösung auf dem Wasserbade ab, so hinterbleibt ein farbloser bis rothbrauner Rückstand, der mit etwas Ammoniak erwärmt, prachtvoll purpurroth wird (Murexidreaction). Harnsäure, in überschüssiger Natronlauge gelöst, giebt mit Silberlösung einen schwarzen Niederschlag (man stellt diese Reaction am einfachsten auf einem Stück Filtrirpapier an), mit Kupfervitriollösung einen braungrünen, bald weiss werdenden flockigen Niederschlag (harnsaures Kupferoxydul), der mit alkalischer Kupfer- (Fehling'scher) Lösung gekocht allmählig roth wird (Kupferoxydul).

3. Synthetisch erhält man Harnsäure, indem man Glykokoll (0,1—0,15 g) in einem Probirröhrchen mit Harnstoff (1—2 g) über einer kleinen Flamme zusammenschmilzt, bis die Masse ganz fest geworden; allzu starkes Erhitzen (über 220°) ist möglichst zu vermeiden, ebenso zu schwaches. Die erkaltete Masse, welche nur gelb bis gelbbraun sein soll, wird in kochendem Wasser unter Zusatz von Ammoniak aufgelöst, das Filtrat mit einem Gemisch von Magnesiamixtur und ammoniakalischer Silberlösung kalt gefällt, der Niederschlag mit ammoniakhaltigem Wasser ausgewaschen, in heissem Wasser zertheilt und mit Schwefelnatriumlösung zersetzt. Das Filtrat von Schwefelsilber wird mit Salzsäure angesäuert und stark eingedampft, worauf beim Erkalten meist noch unreine Harnsäure auskrystallisirt. Man stellt mit derselben die Murexidreaction an; gelingt dieselbe nicht, so wiederholt man die Fällung mit ammoniakalischer Silberlösung etc. noch einmal, wobei man alsdann ziemlich reine Harnsäure erhält. Zweckmässig macht man mehrere Schmelzungen und vereinigt die dabei erhaltenen Massen, um nicht mit allzu kleinen Mengen Harnsäure arbeiten zu müssen. (J. Horbaczewski.)

4. **Phenolschwefelsaures Kali:** $SO_2\left\{\begin{matrix}OK\\O.C_6H_5\end{matrix}\right.$.

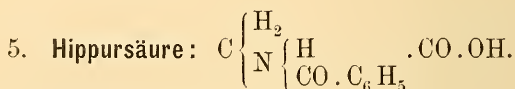
In einem geräumigen Kolben werden 60 g Kalihydrat in 80—90 cc Wasser gelöst und mit 100 g Phenol versetzt; hat sich alles gelöst, so lässt man auf 60—70° erkalten und setzt allmählig, in kleinen Portionen

und unter gutem Umschwenken, 125 g möglichst fein gepulvertes pyroschwefelsaures Kali hinzu. (Zur Bereitung dieses Salzes übergiesst man [am besten in einer Platinschale] 100 g feingepulvertes neutrales Kaliumsulfat mit 60 g concentrirter Schwefelsäure und erhitzt unter dem Abzuge unter Umrühren zunächst gelinde, bis sich alles gelöst hat, dann allmählig stärker, bis das anfangs starke Aufschäumen aufhört und die Masse in schwacher Glühhitze ruhig fliesst, worauf man erkalten lässt.) Das Ganze wird nun unter häufigem Umschütteln 8—10 Stunden bei 60—70° erhalten; dann giesst man circa $^1/_2$ *l* kochenden 95 $^0/_0$ Alkohol hinzu, schüttelt gut durch und filtrirt heiss (im Wasserbadtrichter) ab. Das Filtrat erstarrt beim Erkalten zu einem Brei glänzender Krystallblättchen von phenolschwefelsaurem Kali, welche noch 1—2 mal aus kochendem Weingeist umzukrystallisiren sind; das Salz ist über Schwefelsäure gut zu trocknen (E. Baumann).

Die wässrige Lösung darf mit Chlorbaryumlösung keinen Niederschlag (schwefelsauren Baryt) geben, auch nicht beim Erhitzen damit auf dem Wasserbade nach Zusatz von etwas essigsaurem Natron und Essigsäure, wohl aber nach Zusatz von verdünnter Salzsäure.

Um die Gegenwart dieses und ähnlicher Salze im Harn nachzuweisen, säuert man denselben mit Essigsäure schwach an, setzt Chlorbaryumlösung im Ueberschusse hinzu und erhitzt circa 1 Stunde lang auf dem kochenden Wasserbade; nun filtrirt man die Lösung von dem Niederschlage (grösstentheils $BaSO_4$) ab, setzt Salzsäure hinzu und erhitzt abermals längere Zeit auf dem Wasserbade, wobei sich, wenn Aetherschwefelsäuren vorhanden sind, ein neuer Niederschlag von schwefelsaurem Baryt bildet.

Destillirt man das Salz mit verdünnter Salzsäure, so geht das abgespaltene Phenol in das Destillat über und kann darin durch Bromwasser, Eisenchlorid oder Millon's Reagens leicht nachgewiesen werden.



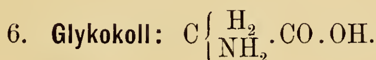
5. **Hippursäure:** $C\begin{cases}H_2\\N\begin{cases}H\\CO.C_6H_5\end{cases}\end{cases}.CO.OH.$

1. Man versetzt frischen Pferde- oder Rinderharn mit Kalkmilch bis zur stark alkalischen Reaction, erwärmt, filtrirt, dampft das Filtrat zum Syrup ein und säuert nach dem Erkalten stark mit Salzsäure an. Die ausgeschiedene Hippursäure wird abgesaugt, mit etwas kaltem Wasser

gewaschen, in möglichst wenig kochendem Wasser gelöst, filtrirt und in kochender Lösung so lange mit Chlorgas behandelt, bis die Farbe der Lösung hellgelb geworden ist. Dann kühlt man schnell ab, filtrirt, wäscht die Säure ein paar Mal mit kaltem Wasser, und krystallisirt sie aus kochendem Wasser unter Zusatz von Thierkohle um. (Th. Curtius.)

Die Hippursäure ist in kaltem Wasser schwer löslich, in kochendem leicht, in Petroleumäther gar nicht (Unterschied von Benzoësäure); sie schmilzt bei 186° und giebt bei stärkerem Erhitzen unter Verkohlung ein öliges, zum Theil krystallinisches Sublimat und entwickelt einen Geruch nach bittern Mandeln.

2. Synthetisch erhält man die Säure leicht, wenn man zu einer wässrigen Lösung von Glykokoll ein paar Tropfen Natronlauge setzt und mit Benzoylchlorid schüttelt; man giebt von diesem allmählig einen Ueberschuss zu, macht schliesslich mit Natronlauge stark alkalisch und fällt nach dem Erkalten mit Salzsäure. Das ausgeschiedene Gemenge von Hippur- und Benzoësäure wird abgesaugt, mit wenig kaltem Wasser gewaschen, getrocknet und mit Petroleumäther extrahirt, welcher nur die Benzoësäure löst; die rückständige Hippursäure wird dann noch aus heissem Wasser umkrystallisirt. (J. Baum.)



6. **Glykokoll:** $C\begin{cases}H_2\\NH_2\end{cases}.CO.OH.$

Man kocht 1 Theil Hippursäure mit 4 Theilen verdünnter Schwefelsäure (1 Theil concentrirte Säure + 6 Theilen Wasser) 10—12 Stunden lang am Rückflusskühler, giesst dann die Masse in eine Schale vorsichtig aus (die Flüssigkeit geräth dabei wegen der Erstarrung der ölförmig abgeschiedenen Benzoësäure in heftiges Sieden) und lässt 24 Stunden stehen. Dann filtrirt man ab, wäscht die zerkleinerte Benzoësäure ein paar Mal mit kaltem Wasser, dampft das Filtrat ein und befreit es durch Ausschütteln mit Aether von den letzten Spuren Benzoësäure; dann verdünnt man die saure Lösung stark und neutralisirt genau mit Barytwasser (oder kohlensaurem Baryt). Man lässt den Niederschlag absitzen, decantirt, wäscht denselben mit kochendem Wasser, dampft die Lösungen stark ein (eventuell unter Einleiten von Kohlensäure, Kochen und Filtriren, falls man zu viel Baryt beim Neutralisiren zugesetzt hatte),

bis sich an der Oberfläche Krystalle auszuscheiden beginnen. Dann lässt man 24 Stunden stehen, giesst die Mutterlauge von den Krystallen ab und dampft sie so oft wieder ab, als sie beim Erkalten noch Krystalle liefert. Schliesslich kann man die erhaltenen Kystalle nochmals aus Wasser umkrystallisiren.

Das Glykokoll bildet schöne, oft grosse farblose glänzende Krystalle, welche in Wasser leicht löslich sind, in Alkohol nicht, und einen süssen Geschmack besitzen.

7. **Urochloralsäure:** $C_8H_{11}Cl_3O_7$.

Man giebt Hunden Chloralhydrat ein (am besten grossen von circa 40 kg 20—25 g auf einmal), sammelt den Harn während der nächsten 15 Stunden, dampft denselben zum Syrup ein und schüttelt mit einer Mischung von 600 cc Aether + 300 cc 90 % Alkohol + (15 cc concentrirter Schwefelsäure + 15 cc Wasser) so oft kräftig aus, bis der Rückstand keine Linksdrehung mehr zeigt. Die vereinigten und filtrirten Auszüge werden durch Destillation vom Aether-Alkohol befreit, der Rückstand mit Bleizuckerlösung genau ausgefällt, filtrirt und nun mit Bleiessig unter Vermeidung eines Ueberschusses gefällt. Dieser letzte Niederschlag wird ausgewaschen, in Wasser mit Schwefelwasserstoff zersetzt, filtrirt, das Filtrat durch Erhitzen von Schwefelwasserstoff befreit und nach genauer Neutralisation mit Barytwasser auf ein kleines Volum eingedampft. Man zerlegt das Barytsalz möglichst genau mit schwefelsaurem Natron, filtrirt vom Baryumsulfat ab und dampft die Lösung bis fast zur Trockne ein. Die rückständige Krystallmasse entwässert man zunächst kalt mit absolutem Alkohol und kocht den Rückstand mit 90 % Alkohol am Rückflusskühler aus; die heiss filtrirte Lösung lässt beim Erkalten das Natronsalz in grossen glänzenden Blättchen fallen. Die kalte Mutterlauge bringt man wieder auf den Rückstand im Kolben und kocht diesen damit aus; dieses Verfahren wird so oft wiederholt, als dadurch noch etwas ausgezogen wird, und schliesslich kann man die kalte Mutterlauge mit Aether fällen, erhält dabei aber ein etwas weniger reines Salz.

Will man die reine Säure selbst darstellen, so zerlegt man das Barytsalz (s. o.) möglichst genau mit verdünnter Schwefelsäure, filtrirt, dampft die Lösung bei gelinder Temperatur zum Syrup ein und lässt diesen über

Schwefelsäure eintrocknen. Die trockne Krystallmasse kocht man dann wiederholt am Rückflusskühler mit grösseren Mengen ($1\frac{1}{2}$—2 *l*) Aether aus, vereinigt die Auszüge, destillirt den Aether bis auf 2—300 cc ab und lässt krystallisiren; die Krystalle wäscht man auf dem Filter mit etwas Aether und trocknet sie über Schwefelsäure. Die Mutterlauge liefert beim weiteren Eindampfen noch etwas gelblich gefärbte Säure. (R. Külz.)

Die reine Urochloralsäure ist in Wasser leicht, in Aether schwer löslich; sie krystallisirt in Nadeln. Schmelzpunkt 142°. Sie dreht links, reducirt beim Kochen Fehling'sche Lösung.

8. Bromphenylmercaptursäure: $C_{11}H_{12}BrNSO_3$.

Man füttert kräftige ausgewachsene Hunde täglich mit 3—5 g Brombenzol (was sie meist lange vertragen), fällt den Harn mit $^1/_{20}$ Vol. Bleizuckerlösung, filtrirt, setzt $^1/_{10}$ Vol. concentrirte Salzsäure zu und lässt 8—10 Tage lang stehen. Dabei wird eine linksdrehende Substanz zersetzt, die rohe Säure scheidet sich aus und wird dann aus heissem Wasser unter Zusatz von Thierkohle umkrystallisirt. (E. Baumann.)

Die Säure krystallisirt in langen Nadeln, welche in kochendem Wasser schwierig, in kaltem fast gar nicht löslich sind, in Alkohol dagegen ziemlich leicht. Ihre Lösung in concentrirter Schwefelsäure färbt sich beim Erhitzen unter Entwicklung von schwefliger Säure schön blau.

9. Phenylhydrazin: $C_6H_5.NH.NH_2$.

10 g Anilin werden in 200 cc concentrirter Salzsäure gelöst, die Lösung in Eiswasser abgekühlt und allmählig unter gutem Umrühren mit einer ebenfalls abgekühlten Lösung von 7,5 g Natriumnitrit (96 %) in circa 50 cc Wasser versetzt. Die erhaltene Lösung wird hierauf allmählig unter gutem Umrühren in eine kalte Lösung von 60 g käuflichem krystallisirtem Zinnchlorür in 60 g concentrirter Salzsäure eingegossen, wobei sich salzsaures Phenylhydrazin als krystallinischer Niederschlag abscheidet. Derselbe wird auf einem Filter von Glaswolle abgesaugt, dann noch möglichst abgepresst, und in einem Scheidetrichter mit über-

schüssiger Natronlauge gut durchgeschüttelt. Das ausgeschiedene Phenylhydrazin wird alsdann mit Aether aufgenommen, die ätherische Lösung auf dem Wasserbade vom Aether befreit, der Rückstand über Nacht mit etwas geglühter Pottasche zusammengebracht, worauf man die ölige Flüssigkeit abgiesst und fractionirt (V. Meyer und Lecco). Das Phenylhydrazin geht zwischen 200 und 240° über; durch starkes Abkühlen und Abgiessen des flüssig gebliebenen Antheils von den ausgeschiedenen Krystallen kann man es noch weiter reinigen.

Die freie Basis verändert sich leicht beim Stehen an der Luft; um sie in das unveränderliche salzsaure Salz überzuführen, löst man (nach E. Fischer) am besten die durch Destillation von Ammoniak befreite Base in 10 Thl. absolutem Alkohol, neutralisirt mit concentrirter Salzsäure, wäscht das niedergefallene Chlorhydrat völlig mit Alkohol und Aether aus und trocknet es auf dem Wasserbade bei gelinder Wärme.

Die freie Base reducirt Fehling'sche Lösung schon in der Kälte.

10. **Wasserfreier Traubenzucker:** $C_6H_{12}O_6$.

Man erwärmt ein Gemisch von 1,5 *l* 90 % Alkohol und 60 cc rauchender Salzsäure im Wasserbade auf 45° und trägt unter gutem Umrühren nach und nach 500 g gepulverten Rohrzucker (Raffinade) ein, wobei die Temperatur nicht über 50° steigen darf. Nach 2 Stunden ist der Zucker gelöst und invertirt; man lässt erkalten und an einem kühlen Orte stehen, worauf nach 6—8 Tagen die Krystallisation beginnt und durch starkes Umrühren befördert wird. Hat man aber schon krystallisirten wasserfreien Traubenzucker zur Hand, so setzt man einige Gramm desselben der erkalteten Lösung zu und rührt öfters stark um; die Krystallisation beginnt dann schon nach einigen Stunden und ist nach 36 Stunden vollendet. Die Krystalle werden dann abgesaugt, erst mit 90 % Alkohol chlorfrei gewaschen, dann mit absolutem Alkohol und bei gelinder Wärme getrocknet. Zur völligen Reinigung kocht man dieselben mit reinem Methylalkohol (von 0,810 spec. Gew. bei 20°)[1])

---

[1]) Reinster Methylalkohol des Handels wird mit circa 20 % Wasser gemischt und im Wasserbade 4/5 des angewandten Alkohols abdestillirt; das Destillat hat in der Regel das oben angegebene specifische Gewicht und wird unmittelbar angewandt.

5—10 Minuten lang, filtrirt und kühlt rasch ab, wobei der Traubenzucker sofort in Krystallen sich ausscheidet. (Soxhlet.)

Der Traubenzucker (Dextrose, Glucose) löst sich leicht in Wasser; die Lösung reducirt beim Erhitzen leicht Fehling'sche Lösung. Mit einer Mischung von 2 Theilen salzsaurem Phenylhydrazin und 3 Theilen essigsaurem Natron in wässriger Lösung auf dem Wasserbade erhitzt, entsteht ein Niederschlag von feinen gelben Nadeln (Phenylglukosazon; Schmelzpunkt 204—205°). Die wässrige Lösung des Zuckers, mit gewaschener Hefe versetzt, geräth bald in Gährung, wobei sich Kohlensäure entwickelt.

11. **Maltose:** $C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O$.

500 g Kartoffelstärke werden mit $2^1/_4$ *l* Wasser kalt möglichst gleichmässig verrührt und durch Erhitzen im Wasserbade verkleistert; man lässt dann den Kleister auf 60—65° abkühlen, rührt den bei 40° bereiteten wässrigen Auszug von 30—35 g lufttrocknem Malz hinein und erhält eine Stunde lang auf 60—65°; hierauf kocht man auf, filtrirt und dampft in flachen Schalen zum Syrup ein. Dieser wird portionenweise mehrmals mit 90 $^0/_0$ Alkohol ausgekocht; hat man keine krystallisirte Maltose zur Verfügung, so kocht man nun eine Portion mit absolutem Alkohol aus, filtrirt, dampft zum dünnen Syrup ein und lässt in dünner Schicht krystallisiren, was meist in einigen Tagen geschieht. Man destillirt unterdessen von den Auszügen, die mit 90 $^0/_0$ Alkohol bereitet wurden, den meisten Alkohol ab, verdampft den Rückstand zum dicken Syrup und rührt in diesen nach dem Erkalten eine geringe Menge krystallisirte Maltose ein, wodurch derselbe innerhalb 3—5 Tagen zur steifen Krystallmasse erstarrt. Man verreibt nun diese mit Methylalkohol zu einem dünnen Brei, saugt ab und wäscht einmal mit Methylalkohol nach; dann presst man ab, wäscht nochmals in derselben Weise mit Methylalkohol und krystallisirt zur völligen Reinigung um. Zu diesem Zwecke löst man 50 g möglichst trocken gepresster Maltose mit 15 cc Wasser im Wasserbade auf, setzt 130 cc 90 $^0/_0$ Alkohol zu, kocht auf, filtrirt und lässt erkalten, wobei sich kein Syrup ausscheiden darf. Man rührt jetzt eine kleine Menge krystallisirte Maltose ein, und schüttelt öfter um, worauf die ganze Flüssigkeit nach einigen Stunden zum dicken

Krystallbrei erstarrt. Nach dem Absaugen kann man die Krystalle noch einmal aus Methylalkohol umkrystallisiren, indem man 50 g derselben mit 12 cc Wasser erhitzt, bis alles gelöst ist, 300 cc Methylalkohol zusetzt, aufkocht, filtrirt und erkalten lässt; Schütteln beschleunigt auch hier die Krystallisation bedeutend. (Soxhlet.)

Die Maltose krystallisirt meist in mikroskopischen Nädelchen, enthält 5 % (1 Mol.) Krystallwasser; die entwässerte Substanz ist äusserst hygroskopisch, zerfliesst erst und erstarrt dann wieder zu wasserhaltigen Krystallen. Das specifische Drehungsvermögen einer frisch bereiteten Lösung steigt im Laufe einiger Stunden; für 20 % Lösungen bei 15° wurden gefunden $[\alpha]_D = + 139,3°$. Der Zucker reducirt Fehling'sche Lösung und giebt, mit salzsaurem Phenylhydrazin und essigsaurem Natron (s. Traubenzucker) $1\frac{1}{2}$ Stunde lang erhitzt, eine gelbrothe Lösung, aus der sich beim Erkalten äusserst feine gelbe Nadeln von Phenylmaltosazon (Schmelzpunkt 206° unter Zersetzung, bei raschem Erhitzen) abscheiden.

12. Glykogen: $(C_6H_{10}O_5)_x$.

Man tödtet ein grosses, gut genährtes Kaninchen durch einen Schnitt über den Hals, öffnet dann sofort die Bauchhöhle, nimmt die Leber heraus (wägt das Organ), zerschneidet dieselbe rasch in grobe Stücke und wirft dieselbe in eine bereit stehende Porzellanschale mit lebhaft siedendem Wasser (circa 400 cc auf 100 g Leber), worauf man noch circa $\frac{1}{2}$ Stunde tüchtig kochen lässt. Dann nimmt man die Stücke heraus, zerreibt sie in einer Reibschale fein, bringt den Brei in das kochende Wasser zurück und setzt Kalilauge zu (3—4 g Kalihydrat auf 100 g Leber). Nun erwärmt man auf dem Wasserbade und lässt eindampfen, bis etwa noch 200 cc Flüssigkeit pro 100 g Leber vorhanden sind; hat sich auf der Oberfläche eine Haut gebildet, so bringt man alles in ein Becherglas und erhitzt bei aufgelegtem Uhrglase weiter, bis Alles gelöst ist, worauf man erkalten lässt. Dann neutralisirt man mit Salzsäure und fällt die Eiweissstoffe aus, indem man abwechselnd Salzsäure und eine wässrige Lösung von Kaliumquecksilberjodid[1]) in kleinen Antheilen zusetzt, bis

[1]) Die Lösung desselben stellt man durch Sättigung kochender, nicht zu concentrirter Jodkaliumlösung mit reinem Quecksilberjodid und Filtriren nach dem Erkalten dar.

kein Niederschlag mehr erfolgt. Sollte die Flüssigkeit zuletzt milchig bleiben, so kann man dieselbe mit Natronlauge fast neutralisiren und dann wieder mit Salzsäure versetzen. Man filtrirt nun den Eiweiss-Quecksilberniederschlag durch dickes Filtrirpapier ab, und wäscht ihn auf die Weise aus, dass man ihn nach dem Abtropfen mit einem Spatel vom Filter abnimmt, in einem Mörser mit salzsäure- und kaliumquecksilberjodidhaltigem Wasser zu einem dünnen Breie zerreibt und wieder auf das Filter bringt; diese Operation wird etwa viermal wiederholt. Dann vereinigt man die Filtrate und versetzt sie unter starkem Umrühren mit 2 Volumen 96 % Alkohol, wodurch das Glykogen gefällt wird, lässt an einem kühlen Orte über Nacht stehen, filtrirt den Niederschlag ab und wäscht ihn erst mit 62 %, dann mit 96 % Alkohol gut aus. Meist enthält dieses Glykogen noch eine Spur Eiweiss; um es davon zu befreien, löst man es noch feucht in wenig warmem Wasser, setzt nach dem Erkalten etwas Salzsäure und Kaliumquecksilberjodid hinzu, und verfährt wie angegeben. Schliesslich wäscht man das mit absolutem Alkohol behandelte Glykogen noch ein paar Mal mit Aether aus und trocknet es an der Luft. (R. Külz.)

Das Glykogen ist ein weisses Pulver, in heissem Wasser leicht zu einer weisslich opalisirenden Flüssigkeit löslich; durch Kochen mit verdünnten Säuren, oder durch Einwirkung von Fermenten (Speichel, Diastase) wird es leicht in Zucker verwandelt. Es reducirt Fehling'sche Lösung nicht, durch Jodlösung wird seine wässrige Lösung rothbraun gefärbt. Die beschriebene Methode zur Darstellung kann auch zur quantitativen Bestimmung dienen.

13. Chitin und

14. Glykosamin.

Hummer- oder auch Krebspanzer werden mechanisch von Fleischtheilen etc. gereinigt, in gelinder Wärme getrocknet und gepulvert; das grobe Pulver wird alsdann zunächst mit verdünnter Salzsäure völlig extrahirt, mit Wasser gewaschen, dann mit verdünnter Kalilauge kochend erschöpft, wieder mit Wasser ausgewaschen, und dann noch mit kochendem Alkohol, zuletzt mit kochendem Aether (zweckmässig in einem Extractionsapparat) von allem darin Löslichen befreit. Man kann statt

der zerkleinerten Hummerschalen auch ganze Thiere (Maikäfer etc.) auf diese Weise behandeln, und erhält dann ein Chitinskelett von der Form des angewandten Thieres. Das Chitin ist eine weisse, amorphe, in den genannten Flüssigkeiten völlig unlösliche Masse.

Zur Darstellung des salzsauren Glykosamins wird das Chitin (oder auch direct die mit verdünnter Salzsäure entkalkten Hummerpanzer) 3—4 Stunden lang mit concentrirter Salzsäure gelinde gekocht, worauf man die Lösung zur Krystallisation eindampft. Beim Erkalten scheiden sich schwarzbraune Humussubstanzen und Krystalle ab; man filtrirt ab, löst die Krystalle in Wasser, filtrirt, und dampft wieder zur Krystallisation ein. Das salzsaure Glykosamin: $C_6H_{13}NO_5 . HCl$ bildet farblose, hell glitzernde, bis erbsengrosse Krystalle, welche Fehling'sche Lösung beim Kochen leicht reduciren.

15. **Caseïn** und

16. **Milchzucker.**

1. 200 cc frische Kuhmilch werden mit 800 cc Wasser verdünnt und das Gemisch mit 0,075—0,1 $^0/_0$ Essigsäure versetzt; das sich sehr schnell absetzende Caseïn wird rasch einige Male mit Wasser decantirt, abgepresst, mit Wasser in einer Reibschale so fein als möglich zerrieben und in möglichst wenig einer 0,1 $^0/_0$ Natronlauge unter gutem Umrühren gelöst, wobei man darauf zu achten hat, dass die Reaction der Flüssigkeit nicht alkalisch, sondern nur neutral wird. Die anfangs milchweisse Lösung wird beim Filtriren durch mehrere Filter fast wasserklar, nur schwach bläulich opalescirend. Nach dem Verdünnen mit Wasser wird sie wieder, wie angegeben, mit Essigsäure gefällt, der Niederschlag auf's Feinste zerrieben und auf einem Filter mit Wasser ausgewaschen; hierauf wird die ganze Procedur der Lösung und Fällung noch 1—2 mal wiederholt. Dann wird der ausgewaschene Niederschlag nicht zu stark ausgepresst, rasch mit 97 $^0/_0$ Alkohol zu einem feinen Brei zerrieben, schnell auf einem Filter mit Alkohol, dann mit reinem Aether gewaschen, abgepresst und in einer Reibschale unter Zerreiben trocknen gelassen; die letzten Spuren Aether entfernt man im Vacuum über Schwefelsäure (O. Hammarsten). Man beachte, dass die Niederschläge nur dann völlig ausgewaschen werden können, wenn sie möglichst fein zerrieben worden sind.

Das Caseïn bildet ein weisses staubfeines unlösliches Pulver, welches feuchtes blaues Lackmuspapier röthet; es löst sich leicht in verdünnten Alkalien und Säuren. In 0,2 % Salzsäure löst es sich völlig auf; wird die Lösung bei 38—40° mit etwas Pepsin digerirt (verdaut), so entsteht allmählig eine Trübung und ein Niederschlag von Nucleïn setzt sich ab.

2. Um den Milchzucker ($C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O$) zu gewinnen, erhitzt man die ursprüngliche Caseïnmutterlauge zum Sieden, filtrirt, dampft das Filtrat mit kohlensaurer Magnesia ein, extrahirt den Rückstand mit Weingeist und erschöpft den darin unlöslichen Theil mit heissem Wasser; das Filtrat wird zum Syrup eingedampft und in der Kälte stehen gelassen, wobei der Milchzucker auskrystallisirt.

Der Milchzucker (Lactose) ist in Wasser leicht löslich, in Alkohol nicht, reducirt Fehling'sche Lösung beim Erhitzen (Unterschied von Rohrzucker). Mit Salpetersäure erhitzt giebt er Schleimsäure, welche sich als weisses unlösliches Pulver abscheidet (Unterschied von Rohrzucker, Dextrose, Maltose). Gegen Phenylhydrazin verhält er sich ähnlich wie Maltose.

17. Glutaminsäure: $NH_2 . C_3H_5 . (CO_2H)_2$.

200 g entfettetes Caseïn werden mit 600 cc concentrirter Salzsäure und 150 g krystallisirtem Zinnchlorür 3 Tage lang am Rückflusskühler gekocht, die Lösung mit 10 Vol. Wasser verdünnt, mit Schwefelwasserstoff vom Zinn befreit, filtrirt und auf dem Wasserbade zum Syrupe verdampft. Dieser erstarrt beim Stehen in der Kälte und vor Feuchtigkeit geschützt allmählig krystallinisch; man rührt dann gut um, bringt die dickbreiige Masse auf einen bedeckten Saugtrichter (das nach der Pumpe führende Rohr trägt zweckmässig einen Hahn, damit man nach dem Evacuiren des Saugkolbens denselben abschliessen und von der Pumpe abnehmen kann; das Absaugen dauert sehr lange), streicht die noch feuchte Krystallmasse in dünner Schichte auf Thonplatten und lässt sie im Exsiccator liegen, bis sie trocken geworden. Dann krystallisirt man sie noch ein oder zweimal aus möglichst wenig kochendem Wasser unter Zusatz von concentrirter Salzsäure um, wobei man stets die Mutterlauge möglichst absaugt. Dann löst man die Krystalle in viel Wasser, kocht mit überschüssigem Bleioxydhydrat, bis die Lösung chlorfrei geworden,

filtrirt, fällt das Blei mit Schwefelwasserstoff aus, filtrirt wieder und dampft das Filtrat zur Krystallisation ein. Sollte dasselbe noch kleine Mengen Chlor enthalten, so digerirt man es heiss mit etwas Silber-Oxyd oder -Carbonat, filtrirt, behandelt mit H_2S, filtrirt und dampft wieder ein.

Die Glutaminsäure krystallisirt in rhombenähnlichen Krystallen, welche in kaltem Wasser schwer löslich sind; das salzsaure Salz krystallisirt in grossen triklinen Tafeln und Prismen und ist in concentrirter Salzsäure sehr schwer löslich. Kocht man die wässrige Lösung der Säure mit Kupferoxydhydrat, so scheidet sich aus dem Filtrate beim Erkalten das sehr schwer lösliche Kupfersalz in blauen Krystallen aus.

18. **Eieralbumin.**

Das völlig dotterfreie Weisse von Hühnereiern wird längere Zeit mit einer Scheere zerschnitten (oder auch zu steifem Schaum geschlagen, den man dann wieder zergehen lässt), durch (stärkefreies) Leinen filtrirt oder gepresst, mit dem gleichen Volum Wasser versetzt und, wenn der Niederschlag sich abgesetzt hat, filtrirt. Dann sättigt man das Filtrat bei 20° mit höchst feingepulvertem krystallisirtem Bittersalz ($MgSO_4 + 7H_2O$), welches man unter Umrühren in kleinen Portionen einträgt, filtrirt nach vollendeter Sättigung von den ausgeschiedenen Globulinen ab, und unterwirft das Filtrat einer energischen Dialyse[1]), bis eine Probe desselben durch Chlorbaryum kaum noch getrübt wird. Dann dunstet man die Lösung (welche während der Dialyse bedeutend an Volum zunimmt) bei 40°—50° in flachen Schalen ein, unterwirft die concentrirte Lösung abermals der Dialyse, und dunstet schliesslich bei der angegebenen Temperatur bis zur Trockne ein. Das Albumin hinterbleibt dabei als eine gelbliche durchsichtige in Wasser klar lösliche gummiähnliche Masse; durch Alkohol wird es aus der wässrigen Lösung gefällt und rasch in coagulirtes Eiweiss verwandelt. Durch Bittersalz wird es aus der wässrigen Lösung nicht, durch $(NH_4)_2SO_4$ völlig gefällt; die etwas Salz enthaltende 1—3% Lösung gerinnt bei circa 56°.

---

1) Zweckmässig in Wursthülsen aus Pergamentpapier. Man kann sich dieselben leicht selbst verfertigen, indem man das gewöhnliche Pergamentpapier mit einer Mischung gleicher Volume concentrirter Schwefelsäure und Wasser zusammenklebt und dann die Säure durch Diffusion in Wasser auswäscht.

19. **Serumalbumin** und

20. **Paraglobulin.**

Durch Schlagen vom Fibrin befreites frisches Rinderblut wird durch (stärkefreies) Leinen colirt und auf die Centrifuge gebracht oder in hohen Gefässen in der Kälte stehen gelassen, bis sich die rothen Blutkörperchen gut abgesetzt haben. Dann zieht man das klare Blutserum mittelst eines Hebers ab; sollte es noch etwas trüb sein, so centrifugirt man es nochmals oder man giesst es in das abgesprengte Obertheil einer weiten Glasflasche, in deren Hals ein Stopfen mit einem verschiebbaren, durch Gummischlauch und Quetschhahn verschlossenen Glasröhrchen (s. Fig. 1) eingesetzt ist. Wenn man das Serum eingiesst, muss das Röhrchen über

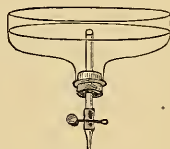


Fig. 1.

dem Spiegel der Flüssigkeit bleiben; hat sich diese in der Ruhe geklärt, so zieht man das Röhrchen vorsichtig nach unten und lässt das Serum in ein Becherglas laufen. Dann verdünnt man das völlig klare Serum mit 3 Vol. gesättigter Lösung von $(NH_4)_2 SO_4$ und setzt von diesem Salze unter Umrühren allmählig noch soviel zu, bis die Flüssigkeit mit demselben gesättigt ist. Dann filtrirt man den beide Eiweisskörper enthaltenden Niederschlag ab und wäscht ihn mit einer gesättigten Lösung des genannten Salzes aus; man kann ihn auch in wenig Wasser lösen und nochmals durch das Salz fällen. Nach dem Auswaschen löst man den feuchten Niederschlag in möglichst wenig Wasser und entfernt das Salz durch energische Dialyse (wie bei Eieralbumin); in dem Maasse wie letzteres fortgeht, scheidet sich das Paraglobulin als weisser flockiger Niederschlag aus, während das Serumalbumin in Lösung bleibt. Ersteres wird nach beendigter Dialyse abfiltrirt und ausgewaschen; das Filtrat, welches bei 30° mit Bittersalz gesättigt völlig klar bleiben muss, wird mit Ammoniak vorsichtig eben neutralisirt, abermals dialysirt, filtrirt und bei 40° eingedunstet. Nach dem Erkalten wird das Serumalbumin mit starkem Alkohol gefällt, sofort abfiltrirt, ausgepresst, mit Aether vom Alkohol befreit und schliesslich durch Zerreiben in einer grossen offenen Schale getrocknet.

Das Serumalbumin ist in Wasser leicht und klar löslich, wird aus dieser Lösung durch $(NH_4)_2 SO_4$ völlig, durch $Mg SO_4$ gar nicht ge-

fällt; seine 1—1,5 $^0/_0$ Lösung gerinnt salzfrei bei circa 50°, mit 5 $^0/_0$ NaCl versetzt bei 75—80°.

Das Paraglobulin ist in Wasser nicht löslich, wohl aber in verdünnten Salzlösungen (NaCl, $(NH_4)_2SO_4$, $MgSO_4$); Sättigen der Lösung mit den letztgenannten beiden Salzen fällt es vollständig, mit NaCl grösstentheils aus. Seine NaCl haltende Lösung coagulirt bei circa 75°.

21. Albuminat.

Man zerschneidet das Weisse eines Hühnereies tüchtig mit einer Scheere und presst es durch reines Leinen; dann löst man circa 1 g Kalihydrat in wenig Wasser und setzt diese Lösung unter gutem Umrühren zu dem Eiweiss, welches dabei sofort oder nach kurzer Zeit zur Gallerte erstarrt. Diese zerschneidet man in Stücke, wäscht diese einige Male mit Wasser aus, löst sie dann in warmem Wasser, lässt erkalten und fällt mit Essigsäure das Albuminat aus. Dieses ist ein flockiger amorpher weisser Niederschlag, welcher blaues Lakmuspapier feucht röthet; es ist in Wasser sowie in Kochsalzlösung fast unlöslich, leicht löslich in Alkalien, Na_2CO_3, Na_2HPO_4, sowie in verdünnter Salzsäure. Seine Lösungen in möglichst wenig Alkali reagiren entschieden sauer. — Fällt man die Albuminatlösung kochend mit Essigsäure, so erhält man einen Niederschlag von coagulirtem Eiweiss, der sich in verdünnter Säure nicht, in verdünnten Alkalien schwer löst.

22. Haemoglobin.

Zur Darstellung des krystallisirten Oxyhaemoglobins benutzt man am besten Pferde- oder Hundeblut, weniger gut eignet sich Schweineblut dazu, dessen Farbstoff viel leichter löslich ist.

a) Frisches Hunde- oder Pferdeblut wird durch Schlagen oder starkes Rühren mit Glas- oder Holzstäben oder Quirlen defibrinirt, nach beendigter Fibringerinnung durch ein stärkefreies Leinen geseiht und an einen kühlen Ort gestellt. Verfügt man über eine Centrifuge, so füllt man das Blut in Cylinder, welche man auf die Centrifuge bringt; nach 1—1$^1/_2$ Stunden haben sich unter diesen Umständen die Körperchen so fest abgeschieden, dass man das klare Serum einfach davon abgiessen

kann. Dann rührt man die Körperchen mit 0,5—2 % NaCl-Lösung an, centrifugirt wieder, und wiederholt dieses Auswaschen einigemale bis die Waschflüssigkeit nur noch Spuren von Eiweiss enthält, oder aber anfängt sich stärker zu röthen, was auf eine beginnende Lösung der Körperchen deutet. Dann vermischt man den Körperchenbrei mit 2—3 Vol. Wasser, welches mit alkohol- und säurefreiem Aether ziemlich gesättigt ist; die Körperchen quellen bis zum Unsichtbarwerden auf, die Lösung erscheint klar und wird unter gutem Umrühren und äusserst vorsichtig, tropfenweise, mit einer 1 % Lösung von saurem schwefelsaurem Natron versetzt, bis sie ähnlich trübe erscheint wie frisches Blut. Dabei schrumpfen die Stromata der Körperchen, ballen sich zusammen und können durch längeres Centrifugiren abgeschieden werden; zweckmässig wird die klar vom Bodensatze abgezogene Flüssigkeit nochmals auf die Centrifuge gebracht, um auch die letzten Spuren der Stromata und Leukocyten zu entfernen. Dann kühlt man die völlig klare Lösung auf 0° ab, setzt $^1/_4$ Vol. reinen, vorher auf 0° oder noch etwas tiefer abgekühlten Alkohol hinzu, schüttelt ein paar Mal mit Luft oder Sauerstoffgas, und lässt 24 bis 48 Stunden bei —5° bis —15° stehen. In der Regel gesteht dabei fast die ganze Flüssigkeit zu einer glitzernden Krystallmasse, welche man zerrührt, bei 0° auf ein Filter bringt und ein paar Mal mit eiskaltem 25 % Alkohol und Wasser wäscht. Dann löst man die Krystalle in möglichst wenig Wasser von 30°, kühlt auf 0° ab und bringt wieder durch Alkohol zum Krystallisiren. Schliesslich streicht man den feuchten Krystallbrei auf Thonplatten, nimmt ihn dann herunter und trocknet ihn in dünner Schichte im Vacuum über Schwefelsäure.

Hat man keine Centrifuge zur Verfügung, so lässt sich das Auswaschen des Körperchenbreies durch verdünnte Kochsalzlösung meist nur sehr schwer bewerkstelligen; man nimmt dies desshalb nur einmal vor (kann es im Nothfall auch ganz unterlassen), löst mit Aetherwasser und entfernt dann auch die wieder zum Schrumpfen gebrachten Stromata durch Absitzenlassen und Decantiren. Auch das Auswaschen der fertigen Krystalle mit kaltem verdünntem Alkohol kann sehr zweckmässig durch Decantiren erfolgen.

Will man Schweineblut benutzen, so löst man die wie angegeben isolirten Körperchen bei 50° in möglichst wenig Wasser (circa 300 cc für die Körperchen aus 1 *l* Blut), filtrirt, kühlt auf 0° ab und versetzt wie angegeben mit $^1/_4$ Vol. Alkohol. Das Abfiltriren und Auswaschen der Krystalle muss auf einem Faltenfilter im Eisschranke geschehen, das Wiederauflösen bei 40—50° in möglichst wenig Wasser.

Das krystallisirte Oxyhaemoglobin ist in Wasser löslich, das von Pferd und Hund schwer, das vom Schwein sehr leicht; eine circa 1 % Lösung lässt in 1 cm dicker Schicht nur rothes Licht durch, eine etwa halb so starke lässt dagegen 2 Absorptionsstreifen zwischen D und b im Spektroskop erkennen. Durch verdünnte Säuren wird die Lösung unter Zersetzung braun gefärbt (Haematin).

b) Füllt man einen Cylinder fast ganz mit verdünnter Oxyhaemoglobinlösung (Blutlösung), setzt einen Tropfen fauler Fleischflüssigkeit zu, verschliesst luftdicht und lässt bei gewöhnlicher Temperatur stehen, so wird das Oxyhaemoglobin zu Haemoglobin reducirt, dessen Lösung mehr purpurroth ist und nur einen Absorptionsstreifen an der Stelle des Zwischenraumes zwischen den beiden Streifen des Oxyhaemoglobins zeigt.

c) Durch eine wässerige Lösung von Oxyhaemoglobin (oder Haemoglobin) leitet man einen Strom Kohlenoxydgas (aus Oxalsäure durch Erhitzen mit concentrirter Schwefelsäure und Waschen mit Kalilauge bereitet); die Farbe der Lösung wird in Folge der Bildung von Kohlenoxydhaemoglobin heller, verändert aber das Spektrum nicht. Von der Oxyhaemoglobinlösung lässt sich diese Lösung leicht dadurch unterscheiden, dass sie durch Fäulniss nicht in Haemoglobin übergeführt wird.

d) Bringt man zu einer Oxyhaemoglobinlösung etwas Ferridcyankalium, so wird die Farbe derselben bräunlich oder gelb (je nach der Verdünnung) in Folge der Bildung von Methaemoglobin. Aus Schweineblut kann man dasselbe leicht krystallisirt erhalten, indem man eine concentrirte Lösung des frisch bereiteten Oxyhaemoglobins mit ein wenig Ferridcyankalium (1—2 Kryställchen von der Grösse eines Gerstenkornes auf $^1/_2$ *l* der möglichst concentrirten warm bereiteten Lösung) versetzt und schüttelt bis die Lösung dunkelbraun geworden ist. Dann kühlt man auf 0° ab, setzt $^1/_4$ Vol. Alkohol von 0° zu und verfährt überhaupt wie oben für die Darstellung des krystallisirten Oxyhaemoglobins angegeben ist (Hüfner und Otto). (Hundeblut eignet sich zur Darstellung des Methaemoglobins weniger gut als Schweineblut.)

Methaemoglobin krystallisirt in rehfarbigen Nädelchen; seine Lösung zeigt 3 Streifen, von denen ein schmaler in Roth charakteristisch ist, während die beiden anderen in ihrer Lage fast vollkommen mit denen des Oxyhaemoglobins übereinstimmen.

e) Man bringt eine kleine Menge des krystallisirten Oxyhaemoglobins (oder auch ein Tröpfchen Blut) auf ein Uhrglas, setzt eine sehr

kleine Menge festes Kochsalz zu, verreibt mit Eisessig und erhitzt über einem ganz kleinen Flämmchen unter Umrühren bis zum Kochen, worauf man die braune (nur noch ein paar Tropfen betragende) Lösung erkalten lässt. Betrachtet man dieselbe nun unter dem Mikroskope, so sieht man eine Unzahl brauner schiefer rhombischer Täfelchen (sog. Teichmann-sche oder Haeminkrystalle), welche höchst charakteristisch sind und desshalb mit grosser Sicherheit zur Erkennung von Blut benutzt werden.

f) Man verasche eine nicht zu kleine Menge Oxyhaemoglobin in einem schief liegenden Platintiegel; die hinterbleibende Asche ist roth und besteht aus Eisenoxyd (ihre Lösung in Salzsäure giebt mit Rhodankalium eine rothe Färbung, mit Ferrocyankalium einen blauen Niederschlag).

23. **Hemialbumose,**
24. **Syntonin** und
25. **Pepton.**

Man bereitet sich zunächst einen künstlichen Magensaft, indem man die Innenseite eines frischen Schweinemagens mit Wasser abwäscht, das Epithel mit einem Tuche sanft abtupft und mit einem stumpfen Spatel oder Löffel so abstreicht, dass der Inhalt der Drüsen als dicker Brei austritt; die Gegend des Pylorus ist dabei zu vermeiden. Von dem erhaltenen Brei werden 5 g mit 500 cc Salzsäure von 0,4 % HCl-gehalt unter häufigem Umrühren 4 Stunden lang auf 40° erwärmt, worauf man die Flüssigkeit von den geringen ungelöst gebliebenen Resten abfiltrirt.

Ferner werden 200 g gut mit Wasser gewaschenen und dann mit der Hand ausgepressten rohen Fibrins mit 1 *l* Salzsäure von 0,2 % HCl-gehalt 24 Stunden lang bei gewöhnlicher Temperatur stehen gelassen und dann im Wasserbade auf 37° erhitzt bis alles zu einem einzigen Klumpen gequollen ist; dann giebt man 400 cc des oben erwähnten Magensaftes hinzu, mischt alles soweit möglich durch Kneten und Rühren und erhält eine Stunde lang bei 40° [1]). Dann macht man die Lösung durch Zu-

[1]) Will man reichlich Pepton erhalten, so nimmt man zweckmässig noch mehr Magensaft als oben vorgeschrieben und digerirt die Mischung 12—24 Stunden bei der angegebenen Temperatur.

satz von verdünnter Natronlauge äusserst schwach alkalisch, filtrirt das ausgeschiedene Syntonin (welches aber noch Albumosen enthält) ab, säuert das Filtrat mit Essigsäure deutlich an, kocht auf, filtrirt und dampft auf circa $^1/_2$ *l* ein. Nach dem Erkalten sättigt man die Flüssigkeit völlig mit schwefelsaurem Ammon, welches fein gepulvert unter fleissigem Umrühren nach und nach eingetragen wird; die Albumosen werden dadurch vollständig gefällt, das Pepton dagegen nicht. Man filtrirt erstere ab und wäscht den Niederschlag mit einer gesättigten Lösung des genannten Salzes aus; alsdann löst man ihn in Wasser, entfernt das Salz durch kräftige Dialyse in fliessendem Wasser, dampft die Lösung ein und fällt mit Alkohol. Die so erhaltene Hemialbumose ist in Wasser löslich und giebt mit Salpetersäure in der Kälte einen Niederschlag, welcher beim Kochen völlig verschwindet, beim Erkalten aber wiederkehrt.

Die von dem Albumoseniederschlag abfiltrirte, mit $(H_4N)_2SO_4$ gesättigte Lösung enthält die Peptone; man verdünnt dieselbe, entfernt durch Kochen mit kohlensaurem Baryt das schwefelsaure Ammon, filtrirt, fällt den in Lösung gegangenen Baryt sorgfältig mit verdünnter Schwefelsäure aus, filtrirt wieder, und dampft auf dem Wasserbade, zuletzt unter fortwährendem Umrühren, zur Trockne ab (W. Kühne). Dieses Pepton ist in Wasser äusserst leicht und, wenn völlig entwässert, unter Zischen löslich; die Lösung wird durch Sättigen mit schwefelsaurem Ammon nicht gefällt, giebt mit etwas Kupferlösung und Natronlauge versetzt eine schöne Rothfärbung (Biuretreaction). Durch Phosphorwolframsäure und Salzsäure wird es vollständig aus seiner Lösung ausgefällt. —

Will man die Verdauung durch Pankreasferment (Trypsin) bewirken, so lässt man käufliches trocknes Pankreaspulver mit 0,1 % Salicylsäurelösung unter häufigem Umschütteln 24 Stunden bei 20—30° stehen, filtrirt, und trägt in das auf 37—40° erwärmte Filtrat (entweder direct oder nach tropfenweisem Zusatz verdünnter Sodalösung bis zur deutlich alkalischen Reaction) gewaschenes feuchtes Fibrin ein, welches sich meist sehr rasch auflöst. Man digerirt bis zur erfolgten Auflösung bei der angegebenen Temperatur (bei alkalischer Reaction unter Zusatz eines Krystalls Thymol), kocht auf, filtrirt von dem entstandenen Gerinnsel ab, neutralisirt möglichst genau behufs Ausfällung des Syntonins und verfährt dann weiter wie oben angegeben. Der Versuch ist übrigens mit dem Pankreas nicht so leicht auszuführen, als mit dem Pepsin.

26. **Leucin:**

(α-Amidocapronsäure: $CH_3 . (CH_2)_3 . CH(NH_2) . CO . OH$) und

27. **Tyrosin:**

(Paraoxyphenyl-α-amidopropionsäure: $C_6 H_4 \begin{cases} p\,OH \\ CH_2 . CH(NH_2)CO . OH \end{cases}$).

1. Diese beiden Körper werden bei der Zersetzung fast aller Eiweisskörper durch Säuren neben einander gewonnen. Zweckmässig benutzt man Hornspähne (womöglich weisse) als Ausgangsmaterial.

2 Theile ($^1/_2$—1 kg) derselben werden mit einem Gemisch aus 5 Theilen concentrirter Schwefelsäure und 13 Theilen Wasser 24 Stunden lang unter zeitweiligem Ersatz des verdampfenden Wassers im Sieden erhalten, worauf man dünne gleichmässige Kalkmilch unter gutem Umrühren allmählig bis zur alkalischen Reaction zusetzt, durch einen Spitzbeutel abfiltrirt, den ausgepressten Rückstand nochmals mit Wasser auskocht und Filtrat und Waschwasser heiss mit Oxalsäurelösung schwach ansäuert; das Filtrat von oxalsaurem Kalk wird bis zum Erscheinen einer Krystallhaut eingedampft und erkalten gelassen. Man filtrirt ab und dampft die Mutterlauge neuerdings ein, worauf man beim Erkalten eine zweite Krystallisation erhält; die Operation wird wiederholt bis nichts mehr auskrystallisirt. Die vereinigten Krystallmassen löst man sodann in kochendem Wasser unter Zusatz von etwas Ammoniak und fügt unter Umrühren so lange Bleiessig hinzu, bis der entstehende Niederschlag nicht mehr bräunlich, sondern weiss erscheint, filtrirt ab, säuert das heisse Filtrat schwach mit verdünnter Schwefelsäure an, filtrirt vom Bleisulfat ab und lässt erkalten, wobei das Tyrosin rein und fast vollständig auskrystallisirt.

Die vom Tyrosin abfiltrirte Mutterlauge wird mit Schwefelwasserstoff entbleit, filtrirt, eingedampft und ein paar Minuten mit frisch gefälltem Kupferoxydhydrat gekocht; es entsteht eine dunkelblaue Lösung, welche abfiltrirt und eingedampft himmelblaue Krystallwarzen absetzt, und ein unlösliches Leucinkupferoxyd. Sowohl dieser Niederschlag, als auch die Krystallwarzen werden in heissem Wasser mit Schwefelwasserstoff zersetzt, das Filtrat vom Schwefelkupfer wenn nöthig durch Kochen mit Thierkohle entfärbt, wieder filtrirt und zur Krystallisation eingedampft, wobei das Leucin anschiesst; durch Umkrystallisiren aus kochendem Weingeist wird es noch weiter gereinigt.

Reines Leucin bildet silberglänzende weisse Blättchen, die in 27 Theilen kalten Wassers löslich sind, in Alkohol viel weniger (unreines Leucin ist in beiden Flüssigkeiten viel leichter löslich). Im Probirröhrchen über einer kleinen Flamme erhitzt, sublimirt es in äusserst feinen wolligen Massen, während sich zugleich der Geruch nach Amylamin bemerklich macht (ein Theil zerfällt in $CO_2 + C_5H_{13}N$).

Tyrosin krystallisirt in feinen, charakteristisch büschel(besen)-förmig angeordneten Nadeln, löst sich in circa 1000 Theilen kalten Wassers, nicht in Alkohol. Mit Millon's Reagens [1]) gekocht färbt es sich schön roth; wird es in ein wenig concentrirter Schwefelsäure gelöst einige Zeit im siedenden Wasserbade erhitzt, so bildet sich Tyrosinschwefelsäure, deren Lösung nach dem Neutralisiren mit kohlensaurem Baryt und Filtriren durch Eisenchlorid violett gefärbt wird.

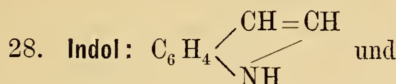
2. Synthese des Leucins. Man erhitzt in einem geräumigen Kolben am Rückflusskühler 125 g $K_2Cr_2O_7$, $1\frac{1}{4}$ *l* Wasser und 163 g concentrirte Schwefelsäure auf 90° und lässt aus einem Tropftrichter allmählig 100 g Amylalkohol zufliessen; alsdann wird der gebildete Aldehyd abdestillirt, das Destillat in einem Scheidetrichter erst mit verdünnter Natronlauge entsäuert und nach Entfernung der Lauge mit einer concentrirten Lösung von Natriumbisulfit geschüttelt. Die ausgeschiedenen Krystalle werden abfiltrirt und gepresst, hierauf mit Sodalösung destillirt, wobei der Valeraldehyd übergeht; das Destillat wird mit concentrirtem Ammoniak versetzt und stark geschüttelt, wobei sich Valeraldehydammoniak in Krystallen unlöslich ausscheidet. Dasselbe wird abfiltrirt, mit Wasser gewaschen und dann mit einem Gemenge von Blausäure [2]) und verdünnter Salzsäure am Rückflusskühler bis zur völligen Auflösung gekocht, wobei von dem oberen Ende des Kühlers ein Glasrohr in einen gut ziehenden Abzug zu leiten ist (wegen der entweichenden höchst giftigen Blausäuredämpfe). Nach geschehener Auflösung lässt man erkalten, dampft die Lösung unter einem Abzuge auf

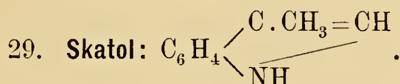
---

[1]) Millon's Reagens bereitet man, indem man Quecksilber in dem gleichen Gewichte starker Salpetersäure erst in der Kälte, dann in der Wärme löst, die Lösung mit 2 Vol. Wasser versetzt und nach mehrstündigem Stehen im verschlossenen Gefässe von dem krystallinischen Bodensatze klar abgiesst; die Lösung ist in kleinen Flaschen mit Glasstöpsel aufzubewahren.

[2]) Zur Darstellung der Blausäure destillirt man aus einer Retorte mit aufwärts gerichtetem Halse 10 Theile grob gepulvertes Ferrocyankalium mit

dem Wasserbade stark ein und fällt das Leucin mit Ammoniak; die Mutterlauge wird nochmals so behandelt und das gesammelte Leucin aus heissem Weingeist umkrystallisirt (s. a. Synthese des Alanins, S. 40).





2 kg gut abgepresstes Blutfibrin werden in einem Kolben von ca. 12 *l* Inhalt mit 8 *l* Wasser (dem 2 g KH_2PO_4 und 1 g $MgSO_4$ + 7 H_2O zugesetzt worden) übergossen, mit 200 cc kalt gesättigter Sodalösung gut gemischt und dann mit einigen cc faulender Fleischflüssigkeit nebst einigen darin befindlichen Fleischstückchen versetzt; man schliesst den Kolben mit einem Stopfen, in welchen ein Glasrohr mit Gummischlauch eingesetzt ist. Der Schlauch ist an eine mit Wasser halb gefüllte Waschflasche angefügt, oder mit einer Klemme versehen, die an den ersten Tagen etwas geöffnet bleibt. Das Ganze wird 5—6 Tage lang bei 40—42° digerirt, wobei man von Zeit zu Zeit umschüttelt; sobald die Gasentwicklung nachlässt, schliesst man die Klemme und öffnet nur von Zeit zu Zeit, um den angesammelten Gasen Austritt zu gestatten.

Nach der angegebenen Zeit unterwirft man das Ganze unmittelbar der Destillation, bis der Rückstand noch 1—1½ *l* beträgt; das stark ammoniakalische Destillat wird mit Salzsäure angesäuert, mit etwas Kupfervitriollösung versetzt und filtrirt. Das klare Filtrat wird hierauf mit Aether ausgeschüttelt, was zweckmässig so geschehen kann, dass man in einem grossen Scheidetrichter ca. ½ *l* Filtrat mit ebensoviel

---

einem Gemenge von 7 Theilen concentrirter Schwefelsäure und 14 Theilen Wasser. Der Kühler wird am besten mit Eiswasser gespeist und die luftdicht angefügte tubulirte Vorlage soll auch in Eiswasser stehen; von dem Tubulus dieser führt ein Rohr die abziehenden Dämpfe direct in einen gut ziehenden Abzug oder auch in das Luftloch eines angezündeten Bunsenbrenners. 100 g Blutlaugensalz geben circa 15 g einer brennbaren 40—50% Säure. Das Abnehmen der Vorlage und Umgiessen, überhaupt Handhaben der Säure, darf wegen seiner grossen Gefährlichkeit nur unter einem gut ziehenden Abzuge vorgenommen werden!

Aether tüchtig durchschüttelt, nach dem Absitzenlassen die untere Schicht abzieht und durch eine neue Portion Filtrat ersetzt, wobei man zugleich noch etwas frischen Aether zufügt. Hat man etwa die Hälfte des Filtrates mit einer Portion Aether extrahirt, so destillirt man die Aetherlösung und benutzt das Destillat zur weiteren Extraction. Die gesammten ätherischen Auszüge werden bis auf ca. $^1/_2$ *l* abdestillirt, der Rückstand 2 mal mit Natronlauge sehr anhaltend durchgeschüttelt (um Phenol und Spuren von Säuren zu entfernen), dann bei möglichst niedriger Temperatur der Aether abdestillirt, und der ölige Rückstand nach Zusatz von etwas Natronlauge im Wasserdampfstrom destillirt, bis kein Indol mehr übergeht. Zur Entwicklung des Wasserdampfes benutzt man zweckmässig einen grossen Kolben, den man zu $^2/_3$ mit Wasser füllt, welches mit ein paar Cubikcentimeter verdünnter Schwefelsäure schwach angesäuert ist; ein paar Stückchen Zink bewirken dann in der Hitze eine schwache Wasserstoffentwicklung, welche jedes Stossen verhindert und stundenlang eine ruhige gleichmässige Dampfentwicklung veranlasst. Das Destillat wird dann mit Aether ausgeschüttelt, die ätherische Lösung bei möglichst niedriger Temperatur abdestillirt und der Rückstand in einem hochwandigen Fläschchen verdunstet, bis er beim Erkalten krystallinisch erstarrt; man trocknet ihn im Exciccator über Schwefelsäure. Ausbeute an Indol ca. 3 g. (E. und H. Salkowski.)

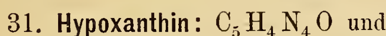
Das Indol krystallisirt in Blättchen, welche rein bei 53° schmelzen; es ist in heissem Wasser ziemlich leicht, in kaltem schwer löslich; die Lösung wird durch Zusatz von ein wenig salpetrige Säure enthaltender Salpetersäure roth gefärbt bezw. gefällt (Ueberschuss von salpetriger Säure hindert die Reaction). Es färbt einen mit Salzsäure befeuchteten Fichtenspahn roth.

Meist enthält das so gewonnene Indol etwas Skatol; um es darauf zu untersuchen löst man ca. 0,5 g in ein paar Tropfen Benzol, giebt ca. 1,5 g krystallisirte Pikrinsäure zu und dann unter Erhitzung in bedecktem Glase soviel Benzol bis alles gelöst ist, worauf beim Erkalten alles zu einem rothen Krystallbrei erstarrt. Man setzt dann ca. 2 Vol. Petroleumäther zu, rührt gut durch, filtrirt nach 24 Stunden ab, wäscht mit Petroleumäther aus und lässt an der Luft trocknen. Dann bringt man die Krystalle in ein Destillationskölbchen und destillirt mit verdünnter Natronlauge, wobei das Indol zersetzt wird, das Skatol aber übergeht. Dieses krystallisirt in Blättchen, welche bei 93° schmelzen; es ist in Wasser schwerer löslich als Indol, giebt mit salpetriger

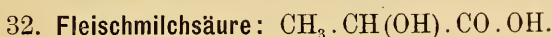
Salpetersäure keine Rothfärbung, sondern nur eine weissliche Trübung, färbt auch den Fichtenspahn nicht. Indol und Skatol besitzen beide einen höchst unangenehmen fäculenten, aber verschiedenen Geruch.



30. **Kreatin:** $HN:C<^{N(CH_3).CH_2.CO.OH,}_{NH_2.}$



31. **Hypoxanthin:** $C_5H_4N_4O$ und



32. **Fleischmilchsäure:** $CH_3.CH(OH).CO.OH.$

Nach folgender, zuerst von Neubauer angegebenen, etwas modificirten Methode kann man Kreatin, Hypoxanthin (Xanthin) und Milchsäure aus Muskelfleisch gewinnen:

500 g möglichst von Fett und Sehnen befreites und in der Wurstmaschine zerkleinertes Fleisch werden mit $^1/_2$ *l* Wasser gut durchgerührt, im Wasserbade unter Umrühren mit einem Thermometer auf circa 50 bis 60° erwärmt, durch Leinen colirt, ausgepresst und nochmals mit etwa der Hälfte Wasser ebenso behandelt. Die vereinigten Extracte werden zur Coagulation des Eiweisses unter Umrühren über freiem Feuer aufgekocht, nach dem Erkalten filtrirt, dann vorsichtig unter Vermeidung eines Ueberschusses mit Bleiessig gefällt, wieder filtrirt und durch Schwefelwasserstoffgas entbleit. Das Filtrat von Schwefelblei wird sodann auf dem Wasserbade bei mässiger Wärme bis zum dünnen Syrup eingedampft und 2—3 Tage an einen kühlen Ort gestellt, wobei das Kreatin auskrystallisirt. Dasselbe wird abfiltrirt und mit 88 % Alkohol ausgewaschen. Die Mutterlauge wird mit der Waschflüssigkeit vereinigt, auf dem Wasserbade vom Alkohol befreit, nach dem Erkalten mit Ammoniak im Ueberschusse versetzt und mit einer ammoniakalischen Lösung von Chlorsilber gefällt. Der Niederschlag (a) wird abfiltrirt (nicht abgesaugt), mit verdünntem Ammoniak ausgewaschen und dann in kochender Salpetersäure von 1,1 spec. Gew. unter Zusatz einer kleinen Menge Harnstoff gelöst, die Lösung von einer kleinen Menge Chlorsilber abfiltrirt und 12—24 Stunden stehen gelassen, wobei sich salpetersaures Hypoxanthinsilberoxyd in kleinen nadelförmigen Krystallen ausscheidet; dieselben werden abfiltrirt, mit Wasser gewaschen und durch Behandlung mit Ammoniak in Hypoxanthinsilberoxyd übergeführt — aus der Mutterlauge fällt Ammoniak eine geringe Menge Xanthinsilberoxyd in gelblichen Flocken. Die genannten Silberverbindungen werden

dann noch feucht in ammoniakhaltigem Wasser vertheilt und durch Schwefelwasserstoff zersetzt; beim Eindampfen der Filtrate von Schwefelsilber bleiben Hypoxanthin bez. Xanthin als weisse, kreideähnliche, unter dem Mikroskope meist krystallinisch erscheinende Massen zurück.

Das Kreatin bildet kleine schiefe rhombische Prismen mit 1 Mol. H_2O; es löst sich schwer in kaltem, leicht in heissem Wasser, sehr wenig in Weingeist, wird durch Chlorzink nicht gefällt (s. u. Kreatinin).

Die ammoniakalische Mutterlauge (b) des Silberniederschlages (a) wird durch Schwefelwasserstoffgas eben entsilbert, filtrirt, auf dem Wasserbade vom überschüssigen Ammoniak befreit, mit verdünnter Schwefelsäure stark angesäuert und mit Aether einige Male ausgeschüttelt oder im Schwarz'schen Extractionsapparat erschöpft. A ist ein grösserer Fractionirkolben, dessen Destillationsrohr senkrecht nach unten umgebogen ist und in den Aetherkolben B mündet. In diesem wird Aether zum Sieden erhitzt, die Dämpfe treten durch das Rohr C in den Vorstoss D oben ein, gelangen in den Rückflusskühler K und fliessen aus diesem verdichtet durch das Rohr e, welches unter C in D eingesetzt ist und bis auf den Boden von A reicht, in letzteres und durchsetzen dabei die zu extrahirende Lösung, welche A etwa zur Hälfte erfüllt. Der Aether sammelt sich über der wässrigen Lösung und fliesst nach B über. Ist die Extraction vollendet, so wird der Aether abdestillirt, der rückständige saure Syrup mit Wasser verdünnt und kochend mit Zinkcarbonat neutralisirt; man filtrirt und dampft die Lösung zur Krystallisation ein, welche man durch Zusatz von Alkohol beschleunigen kann. Das auskrystallisirte milchsaure Zinkoxyd wird mit Weingeist gewaschen; es kann in siedender wässriger Lösung durch Schwefelwasserstoffgas zersetzt werden, worauf das Filtrat vom Schwefelzink beim Eindunsten auf dem Wasserbade die Milchsäure

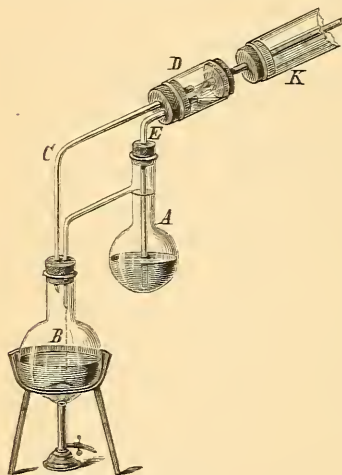


Fig. 2.

als einen sauren Syrup hinterlässt. Dieselbe ist optisch active Fleischmilchsäure; ihr Zinksalz krystallisirt mit 2 H_2O (12,9 %) in kleinen vierseitigen Prismen.

33. Myosin.

Zur Darstellung von Myosin wird von Sehnen und Fett befreites, feingehacktes Muskelfleisch mit kaltem Wasser so oft ausgezogen, bis sich letzteres nicht mehr röthet und auch der Rückstand weiss aussieht; dann wird derselbe mit einer 10—20 % Salmiaklösung unter öfterem Umrühren einige Stunden stehen gelassen, die Lösung filtrirt und mit circa 20 Vol. Wasser vermischt, worauf sich das Myosin in Flocken ausscheidet und allmählig zu Boden setzt. Man wäscht dasselbe 3—4 Mal durch Decantiren aus, nicht öfter, da es sonst unlöslich wird. Frisch gefällt löst es sich leicht in 10 % Kochsalz- oder Salmiaklösung, sowie in 0,1 % Salzsäure; aus seiner Lösung in Kochsalz wird es durch Sättigung derselben mit NaCl gefällt.

Nach Halliburton ist das so dargestellte Myosin ein Gemenge von 2 Eiweisskörpern; löst man dasselbe durch Zusatz von wenig Bittersalz auf und giebt dann zu je 100 cc der Lösung 50 g krystallisirtes Bittersalz, so fällt Paramyosinogen aus, welches abfiltrirt wird; seine Lösung in Bittersalz (5 %) coagulirt bei 47°. Aus dem Filtrate wird durch weiteren Zusatz von krystallisirtem Bittersalz das Myosinogen ausgeschieden, dessen Salzlösung bei 56° gerinnt.

34. Syntonin.

Syntonin erhält man leicht, indem man Myosin in überschüssiger 0,1 % Salzsäure löst und die Lösung nach einiger Zeit mit Soda neutralisirt; anstatt des Myosins kann man auch gleich gut ausgewässertes feingehacktes Fleisch mit viel Salzsäure von der angegebenen Stärke behandeln und die filtrirte dickliche Lösung durch Neutralisation fällen. Das gefällte Syntonin bildet einen gallertartigen Niederschlag, der in verdünnten Säuren und Alkalien, nicht aber in Kochsalzlösung löslich ist. Aus der Lösung in 0,1 % Salzsäure wird es durch concentrirte Salzsäure gefällt, löst sich aber in rauchender Salzsäure wieder auf.

35. Gährungsmilchsäure: $CH_3 . C\genfrac{}{}{0pt}{}{H}{OH} . CO . OH$.

330 g Rohrzucker und 0,5 g Weinsäure löst man in $1^3/_4$ *l* kochenden Wassers und lässt 2 Tage lang stehen. Dann fügt man 4 g faulen Handkäse, 440 g saure Milch und 135 g Zinkweiss zu und lässt 8—10 Tage lang, unter häufigem gutem Umrühren, bei 40° stehen. Man erhitzt nun Alles zum Kochen, filtrirt und lässt erkalten, wobei milchsaures Zinkoxyd auskrystallisirt; dasselbe wird durch Umkrystallisiren gereinigt, dann in heisser wässriger Lösung durch Schwefelwasserstoff zersetzt, die Lösung abfiltrirt und auf dem Wasserbade eingedampft. Der rückständige Syrup wird in Aether gelöst (wobei Mannit zurückbleibt) und durch Destillation wieder vom Aether befreit.

Die Gährungsmilchsäure gleicht der Fleischmilchsäure äusserlich vollkommen, nur ist sie optisch unwirksam; ihr Zinksalz krystallisirt mit 3 Mol. H_2O, löst sich (wasserfrei) in 53 Theilen Wasser bei 15°, in 6 Theilen kochendem, fast gar nicht in Alkohol.

36. Kreatinin: $HN : C<\genfrac{}{}{0pt}{}{N(CH_3) . CH_2 . CO}{NH\text{———————}|}$.

1. Aus Harn. Man versetzt denselben ($^1/_2$—1 *l*) mit Barytmischung (1 Vol. gesättigte $Ba(NO_3)_2$-lösung + 2 Vol. gesättigtes Barytwasser), bis kein Niederschlag mehr entsteht, filtrirt diesen ab, und dampft das Filtrat im Wasserbade zum dünnen Syrup ein; diesen vermischt man mit dem gleichen Volum Alkohol, lässt das Ganze 24 Stunden in der Kälte stehen, filtrirt von den ausgeschiedenen Salzen ab, und fügt zu dem Filtrate 1—2 cc einer concentrirten alkoholischen Lösung von Chlorzink. Nach einiger Zeit scheidet sich dann Kreatinin-Chlorzink als gelbliches Krystallpulver ab; wenn sich dessen Menge nicht mehr vermehrt (nach 2—3 Tagen) filtrirt man dasselbe ab, wäscht es mit Weingeist aus, löst es in heissem Wasser und zersetzt es durch circa halbstündiges Kochen mit überschüssigem Bleioxydhydrat oder kohlensaurem Bleioxyd. Dann filtrirt man heiss ab, entfärbt das Filtrat durch Kochen mit Thierkohle, filtrirt wieder, dampft zur Trockne ab und zieht aus dem Rückstande das Kreatinin mit starkem Alkohol in der Kälte aus (dabei bleibt etwas Kreatin ungelöst zurück).

Das Kreatinin bildet farblose Prismen, welche in 11 Theilen kaltem Wasser und in circa 100 Theilen kaltem Alkohol löslich sind. In seiner wässrigen oder alkoholischen Lösung erzeugt Chlorzink einen sehr schwer löslichen krystallinischen Niederschlag: $(C_4H_7N_3O)_2ZnCl_2$, welcher sich leicht in Salzsäure löst, und aus dieser Lösung durch essigsaures Natron wieder gefällt wird. Setzt man zu einer wässerigen Kreatininlösung ein paar Tropfen einer verdünnten Nitroprussidnatriumlösung und dann tropfenweise Natronlauge, so wird die Lösung schön rubinroth; die Farbe blasst aber schnell zu gelb ab und wird dann beim Erwärmen mit Essigsäure grün.

2. Aus Kreatin. Man löst dieses in überschüssiger concentrirter Salzsäure und dampft langsam auf dem kochenden Wasserbade ein; der beim Erkalten strahlig krystallinisch erstarrende Rückstand ist salzsaures Kreatinin: $C_4H_7N_3OHCl$, aus welchem durch Kochen mit Bleioxydhydrat die freie Base abgeschieden werden kann.

37. **Hefenucleïn.**

500 g frische Presshefe wird mit 2 *l* Wasser gut durchgerührt und absitzen gelassen; dann giesst man die über dem Hefenschlamm stehende trübe Flüssigkeit ab, bringt den Schlamm in 0,5 $^0/_0$ Kalilauge, lässt unter Umrühren kurze Zeit stehen, und filtrirt direct in verdünnte Salzsäure. Der Niederschlag wird abfiltrirt, mit verdünnter Salzsäure, dann mit Alkohol gewaschen, hierauf ein paar Mal mit Alkohol ausgekocht und über Schwefelsäure getrocknet.

Das Hefenucleïn ist ein amorphes Pulver, in Wasser und in verdünnten Säuren nicht, in Alkalien leicht löslich; längere Zeit mit Wasser gekocht löst es sich grösstentheils auf unter Abspaltung von freier Phosphorsäure und Xanthinkörpern. Mit Soda und Salpeter geschmolzen liefert es eine stark phosphorsäurehaltige Masse.

38. **Glykocholsäure:** $C_{26}H_{43}NO_6$.

Der Inhalt einiger Gallenblasen vom Rinde wird in einer Porzellanschale auf dem Wasserbade mit soviel staubfreiem (gewaschenem) Sande eingedampft, dass der sonst zähe Rückstand sich leicht pulvern lässt. Das Pulver wird sodann in einem Kolben mit absolutem Alkohol kochend

ausgezogen, die tiefgrün gefärbte filtrirte Lösung durch Kochen mit Thierkohle entfärbt, filtrirt und auf dem Wasserbade möglichst weit eingedampft. Dann wird der Rückstand in wenig absolutem Alkohol gelöst und die klare Lösung in einem verschliessbaren Gefässe mit wasserfreiem Aether bis zur bleibenden Trübung versetzt; beim Stehen in der Kälte bilden sich dann allmählig schöne seidenglänzende Nadeln oder ein zuerst abgeschiedenes Oel erstarrt zu solchen: krystallisirte Galle. Dieselbe ist (bei Anwendung von Rindsgalle) ein Gemenge von glyko- mit taurocholsaurem Natron; löst man dieselbe in Wasser und setzt verdünnte Schwefelsäure bis zur starken Trübung hinzu, so erstarrt, besonders nach Zusatz von etwas Aether, die Flüssigkeit in der Kälte zu einer krystallinischen Masse, welche zerrührt, abfiltrirt, mit Wasser gewaschen, abgepresst und aus heissem Wasser umkrystallisirt wird. Man erhält so die Glykocholsäure in feinen seideglänzenden Nadeln, die in kaltem Wasser sehr schwer löslich sind. — Bei manchen Gallen genügt es, dieselbe direct mit 5 cc Aether und dann mit 5 cc concentrirter Salzsäure auf 100 cc zu versetzen und stehen zu lassen, um die Glykocholsäure auskrystallisiren zu lassen (Hüfner); dieselbe wird dann aus Wasser umkrystallisirt.

39. **Taurocholsäure:** $C_{26}H_{45}NSO_7$.

Da die Trennung derselben von der vorigen sehr schwer ist, so benutzt man besser zur Darstellung des Natronsalzes die glykocholsäurefreie Hundegalle, aus welcher man, wie oben angegeben, krystallisirte Galle (d. i. hier taurocholsaures Natron) bereitet. Die Säure selbst ist zerfliesslich und sehr leicht zersetzlich; ihre wässrige Lösung (oder die mit verdünnter Salzsäure angesäuerte des Natronsalzes) fällt Albuminlösungen ganz vollständig aus, während durch Propepton- und Peptonlösungen die Säure selbst als milchiger Niederschlag abgeschieden wird.

40. **Cholsäure** (Cholalsäure): $C_{24}H_{40}O_5$.

50 g Glykocholsäure werden mit 200 g Aetzbaryt und 6 *l* Wasser circa 16 Stunden lang im Sieden erhalten, die Lösung heiss filtrirt und nach dem Erkalten mit Salzsäure angesäuert. Der meist sandige Nieder-

schlag wird mit warmem Wasser gewaschen und aus heissem Alkohol umkrystallisirt. (O. Hartmann und G. Hüfner.)

Alle drei Säuren, sowie ihre Salze, sind dadurch ausgezeichnet, dass sie mit concentrirter Schwefelsäure oder besser syrupdicker Phosphorsäure und einer Spur Zucker, besser Furfurol, erwärmt eine prachtvolle purpurrothe Färbung geben (man nehme die Säure nicht allzu concentrirt, nicht in zu grossem Ueberschusse und hüte sich vor einem Ueberschusse an Zucker, welcher Veranlassung zur Entstehung einer Braunfärbung giebt).

41. **Taurin:**
(β-Amidoaethylsulfonsäure: $H_2N.CH_2.CH_2.SO_2.OH$).

Man vermischt Rindsgalle mit starker Salzsäure im Ueberschusse, filtrirt von dem schleimigen Niederschlage ab und dampft die bis fast zum Sieden erhitzte Mischung stark ein; man giesst dann die wässrige saure Flüssigkeit von der als zähes Harz ausgeschiedenen Choloidinsäure ab, dampft weiter ein, bis das Kochsalz grossentheils auskrystallisirt, und vermischt die erkaltete Mutterlauge mit starkem Alkohol, wodurch das Taurin nebst etwas Kochsalz gefällt wird. Der Niederschlag wird mit Alkohol gewaschen, getrocknet und in möglichst wenig kochenden Wassers gelöst; beim Erkalten schiesst das Taurin in schönen vierseitigen Prismen an und kann durch nochmaliges Umkrystallisiren von einer Spur anhaftenden Kochsalzes völlig gereinigt werden.

42. **Cholesterin:** $C_{26}H_{43}.OH$.

Fein gepulverte (weisse oder schwach gefärbte) Gallensteine werden zuerst mit Wasser ausgekocht und dann mit siedendem Weingeist extrahirt; das Filtrat lässt beim Erkalten rohes Cholesterin fallen. Dasselbe wird aus kalihaltigem kochendem Weingeist umkrystallisirt, mit Weingeist und mit Wasser gewaschen und dann über Schwefelsäure getrocknet.

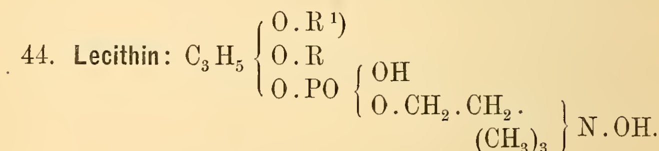
Aus Weingeist krystallisirt das Cholesterin mit 1 Mol. Wasser in Blättchen oder dünnen Tafeln, welche leicht das Wasser abgeben und dann bei 137° schmelzen. Es löst sich nicht in Wasser; leicht in Chloroform; wird letztere Lösung mit concentrirter Schwefelsäure geschüttelt, so färbt sie sich prachtvoll blutroth.

43. **Bilirubin:** $C_{32}H_{36}N_4O_6$.

Gepulverte Gallensteine (am besten vom Rinde) werden mit Aether, dann mit Wasser und verdünnter Salzsäure erschöpft; der getrocknete Rückstand giebt dann an Chloroform das Bilirubin ab. Diese Lösung wird filtrirt, abgedampft, der Rückstand mit Alkohol und Aether behandelt, dann in wenig Chloroform gelöst, und aus der filtrirten Lösung der Farbstoff durch Alkohol gefällt.

Das Bilirubin ist ein amorphes gelbrothes Pulver, welches sich in Wasser, Alkohol, Aether nicht löst, wohl aber in Chloroform, Schwefelkohlenstoff oder Benzol, und beim Verdampfen dieser Lösungen in rothen Prismen krystallisirt. Es löst sich leicht in verdünnter Natronlauge; schichtet man diese Lösung vorsichtig auf salpetrige Säure enthaltende Salpetersäure, so entsteht an der Berührungsfläche beider Flüssigkeiten ein grüner Ring, der beim ruhigen Stehen nach der Salpetersäure hin blau, violett, roth und gelb wird. Lässt man ferner zu einer chloroformigen Bilirubinlösung höchst vorsichtig Bromdämpfe hinzutreten, so färbt sich die Flüssigkeit erst grün, dann blau, violett, roth und schliesslich bräunlich gelb.

44. **Lecithin:**

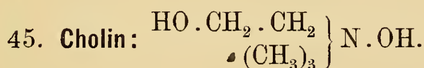


Frische möglichst vom Weissen befreite Eidotter werden mehrmals mit Aether kräftig durchgeschüttelt, bis derselbe fast nichts mehr aufnimmt; die klaren Auszüge werden sodann durch Destillation vom Aether befreit, der Rückstand in Petroläther gelöst und filtrirt. Das Filtrat wird in einem Scheidetrichter mehrmals mit 75 % Alkohohl ausgeschüttelt, die vereinigten alkoholischen Auszüge lässt man eventuell bis zur völligen Klärung stehen, trennt von etwa noch anwesendem Petroläther und filtrirt. Der letzte Rest des Petroläthers wird ab-

[1] R = Radikal der Palmitinsäure ($C_{15}H_{31}.CO$), Stearinsäure ($C_{17}H_{35}.CO$) oder Oelsäure ($C_{17}H_{33}.CO$).

destillirt, der Rückstand einige Tage lang an einem kühlen Orte stehen gelassen, wobei sich ein Niederschlag abscheidet, von welchem die Flüssigkeit durch Decantiren und Filtriren getrennt wird. Dann entfärbt man sie durch Kochen mit Thierkohle, filtrirt und dampft bei 50—60° bis zur Syrupsdicke ein. Man löst den Syrup in Aether, decantirt, filtrirt und dampft wieder ein, wobei das Lecithin fast ganz rein zurückbleibt; zur völligen Reinigung kann man es in möglichst wenig warmem absolutem Alkohol lösen und durch Einstellen dieser Lösung in eine Kältemischung von —5 bis —15° ausfallen lassen, worauf man es in der Kälte abfiltrirt und im Vacuum über Schwefelsäure trocknet. (E. Gilson.)

Das Lecithin ist eine weiche, knetbare, undeutlich krystallinische Masse; bringt man eine kleine Menge desselben mit etwas Wasser unter das Mikroskop, so sieht man ölige Tropfen in wurmähnlichen Formen daraus hervorquellen (Myelinformen). Durch Säuren, besonders aber durch Alkalien, wird es leicht zersetzt. Mit Soda und Salpeter auf dem Platinblech erhitzt, giebt es eine Schmelze, in der leicht Phosphorsäure nachgewiesen werden kann.



45. Cholin: $\left.\begin{matrix} HO.CH_2.CH_2 \\ (CH_3)_3 \end{matrix}\right\} N.OH.$

1. Aus Lecithin. Der ätherische Auszug von Eidotter wird durch Destillation vom Aether befreit und der Rückstand längere Zeit mit Barytwasser gekocht, bis er völlig zersetzt ist; dann filtrirt man ab, fällt den Baryt durch Einleiten von Kohlensäure aus, filtrirt wieder, säuert stark mit Salzsäure an und fällt mit Phosphorwolframsäure aus. Der Niederschlag wird abfiltrirt, mit verdünnter Salzsäure gewaschen, und hierauf durch Erwärmen mit überschüssigem Barytwasser zerlegt; aus der abfiltrirten Lösung wird der Baryt mit Kohlensäure ausgefällt, das Filtrat mit Salzsäure angesäuert, auf dem Wasserbade zum Syrup eingedampft und mit heiss gesättigter überschüssiger Quecksilberchloridlösung versetzt. Dadurch wird das Cholin quantitativ gefällt, wenn man soviel $Hg\,Cl_2$ zugesetzt hatte, dass die Mutterlauge mit diesem Salze noch völlig gesättigt ist; man filtrirt ab, wäscht mit gesättigter Sublimatlösung aus, vertheilt den Niederschlag in heissem Wasser, zesetzt ihn mit Schwefelwasserstoffgas, filtrirt vom Schwefelquecksilber ab, dampft

zum Syrup ein und lässt über Kalk- oder Kalihydrat im Vacuum stehen, wobei der Rückstand krystallinisch erstarrt.

Das salzsaure Cholin: $\left.\begin{matrix} HO.C_2H_4 \\ (CH_3)_3 \end{matrix}\right\} NCl$ krystallisirt in langen farblosen Nadeln, ist äusserst zerfliesslich, in absolutem Alkohol leicht löslich, in Aether nicht; das Chloroplatinat ist in Wasser leicht, in Alkohol nicht löslich, krystallisirt in Prismen oder rhombischen Tafeln. Freies Cholin mit Wasser gekocht entwickelt den Geruch nach Trimethylamin.

2. Synthetisch kann man das Cholin auf die Weise darstellen, dass man ein Theil Trimethylamin mit zwei Theilen Glykolchlorhydrin im zugeschmolzenen Rohre 24 Stunden auf 100° erhitzt und erkalten lässt. Dabei scheiden sich Krystalle von salzsaurem Cholin ab, welche wie angegeben weiter behandelt werden.

Die zu der Synthese des Cholins nöthigen Substanzen bereitet man folgendermaassen:

46. **Aethylenbromid:** $C_2H_4Br_2$.

In einem geräumigen Kolben, der von der Mischung nur zu circa $^1/_3$ angefüllt werden darf, bringt man ein Gemisch von 100 g 90—96 $^0/_0$ Alkohol mit 400 g concentrirter Schwefelsäure und soviel ausgewaschenem und getrocknetem Quarzsand, dass alle Flüssigkeit von letzterem aufgesogen ist. Man erhitzt dann über freiem Feuer, so dass eine nicht zu starke Gasentwicklung erfolgt, und leitet das Gas erst durch concentrirte Schwefelsäure, dann durch Kalilauge, wieder durch concentrirte Schwefelsäure und dann in eine Flasche, welche 250—300 g Brom unter Wasser enthält und während der Absorption abgekühlt wird; die entwickelten Bromdämpfe leitet man in eine Flasche mit dünner Natronlauge oder auch in einen Abzug. Man leitet so lange Gas in das Brom, bis dieses völlig entfärbt ist, schüttelt die Flüssigkeit in einem Scheidetrichter mit Wasser gut durch, lässt absitzen, zieht die untere schwere Flüssigkeit vorsichtig ab und lässt sie mit ein paar Stücken geschmolzenen Chlorcalciums über Nacht stehen, giesst sie ab und destillirt sie; Siedepunkt des Aethylenbromids: 131°.

47. **Glykol:** $C_2H_4(OH)_2$

188 g Aethylenbromid werden mit 138 g kohlensaurem Kali und 1 *l* Wasser so lange am Rückflusskühler gekocht, bis sich ersteres völlig gelöst hat, was circa 10 Stunden dauert; dann giesst man die Flüssigkeit noch warm in eine Schale und dampft bei mässiger Wärme bis zur reichlichen Krystallausscheidung ein. Der Brei wird nach mehrstündigem Stehen in der Kälte auf einem Filter abgesaugt und oftmals mit kleinen Mengen absoluten Alkohols ausgewaschen; die vereinigten Filtrate werden aus dem Oelbade fractionirt destillirt, bis der Rückstand eine trockene Salzmasse darstellt, wobei die Temperatur bis auf 250° steigen kann. Die Fraction 110—180° wird zweckmässig auf dem Wasserbade vorsichtig concentrirt, dann fractionirt, und dann werden alle Portionen, die von 180° an übergegangen sind, nochmals zusammen fractionirt; Siedepunkt des Glykols: 195°. Man erhält im Mittel 39 g Glykol aus 188 g Bromid. (Zeller und Hüfner.)

48. **Glykolchlorhydrin:** $HO.CH_2.CH_2Cl$.

Man erhitzt Glykol auf 148° und leitet langsam trocknes Chlorwasserstoffgas ein, worauf Wasser und Chlorhydrin überdestilliren; zuletzt steigert man die Temperatur auf 160°. Das Destillat wird mit 2—3 Volumen Aether versetzt und durch allmähliges Eintragen festen kohlensauren Kalis zunächst von Salzsäure befreit; dann saugt man die ätherische Lösung ab, trocknet sie mit frischgeschmolzenem kohlensaurem Kali und unterwirft sie der fractionirten Destillation. Siedepunkt des Chlorhydrins: 128°. (Ladenburg).

49. **Trimethylamin:** $(CH_3)_3N$.

Man lässt mittelst eines Tropftrichters eine concentrirte wässrige Lösung von salzsaurem Trimethylamin auf Aetzkalk in kleinen Stücken, der sich in einem Kölbchen befindet, auftropfen und leitet das entweichende Gas in eine unten zugeschmolzene gewogene Röhre, die in einer Kältemischung von Eis und Kochsalz steht. Nach Beendigung der Operation wiegt man die Röhre mit dem condensirten Trimethylamin wieder und giebt die nöthige Menge Glykolchlorhydrin dazu, worauf man zuschmilzt (s. o.).

50. **Alanin:** (α-Amidopropionsäure) $CH_3 . CH (NH_2) . CO . OH$.

Man kühlt ca. 250 cc wasserfreien Aether in Eiswasser ab, leitet trocknes Ammoniakgas[1]) ein und giebt nach und nach 50 g käuflichen Aldehyd, ebenfalls gut abgekühlt, hinzu, unter fortwährendem Ammoniakeinleiten. Hat sich alles Aldehydammoniak ausgeschieden, so filtrirt man dasselbe ab, wäscht ein Mal mit Aether und presst zwischen Papier trocken. Dann löst man 62 g des trocknen Aldehydammoniaks in ca. 60 cc Wasser und giesst diese Lösung in die aus 125 g Ferrocyankalium, 90 g concentrirter Schwefelsäure und 180 g Wasser bereitete, abgekühlte Blausäure (s. o. S. 26, Anmerkung); dann fügt man unmittelbar 500 cc concentrirte Salzsäure hinzu und dampft das Gemisch, unter dem Abzuge über freiem Feuer gelinde kochend, bis zur Krystallhaut ein. Der erkaltete Rückstand wird mit absolutem Alkohol versetzt, so lange ein Niederschlag entsteht, filtrirt, das Filtrat mit Wasser stark verdünnt und mit überschüssigem Bleioxydhydrat gekocht, bis alles Ammoniak ausgetrieben und die Lösung chlorfrei ist. Man filtrirt, entbleit das Filtrat mit Schwefelwasserstoff, filtrirt wieder, und dampft das Filtrat auf dem Wasserbade ein; dann fällt man das Alanin mit Alkohol, wäscht es mit 90 $^0/_0$ Alkohol aus, und lässt es aus Wasser krystallisiren.

Das Alanin bildet schöne farblose Prismen, welche in Wasser leicht, in Alkohol nicht löslich sind.

---

[1]) Man bereitet dasselbe durch gelindes Erwärmen concentrirter käuflicher Ammoniakflüssigkeit in einem grossen Kolben und Leiten des Gases über gebrannten Kalk.

Anzeigen

aus dem Verlage von

J. F. Bergmann in Wiesbaden.

Jahresbericht

über die Fortschritte der

Physiologischen und pathologischen Chemie.

Unter Mitwirkung von

RUDOLF ANDREASCH in Währing bei Wien, Dr. OLAF HAMMARSTEN, Univ.-Prof. in Upsala, Dr. ERWIN HERTER, Docent in Berlin, Dr. HORBACZEWSKI, Univ.-Prof. in Prag, Dr. LEO LIEBERMANN, Univ.-Prof. in Budapesth, Dr. E. MEISSL, Privatdocent in Wien, Dr. B. J. STOKVIS, Prof. der Medicin in Amsterdam, Dr. ZALESKI, Univ.-Prof. in Tomsk in Sibirien,

herausgegeben von

Prof. Dr. **Richard Maly**

in Prag.

XVII. Band: Ueber das Jahr 1887.

Redigirt von

Rudolf Andreasch,

Professor der Chemie an der k. k. Staatsoberrealschule in Währing bei Wien.

Preis: M. 16.—.

Der Jahresbericht bezweckt, nicht nur den Specialisten ein Gesammtbild der bezüglichen Forschungen zu bieten, sondern ebenso sehr, die Ergebnisse derselben zum Gemeingut des ärztlichen Standes zu machen und in der täglichen Praxis zur Verwerthung zu bringen.

Ueber die

Desinfektion der Hände des Arztes.

Von

Prof. **P. Fürbringer,**

Direktor am Berliner Krankenhause Friedrichshain.

Preis: M. 1.20.

Der Arzt lernt hier neue und gewählcistete, **ohne Weiteres für die Alltagspraxis verwerthbare einfache Vorbereitungsmethoden** kennen, welche die zur schnellen Desinfektion unerlässliche Adhäsion zwischen Haut und Antiseptikum ermöglichen, sowie **Vorschriften zur möglichst ökonomischen und unkomplicirten Herstellung der desinficirenden Lösungen selbst.**

Das Sputum.

Ein Beitrag zur klinischen Diagnostik.

Für

praktische Aerzte und Kursisten

bearbeitet von

Dr. Peter Kaatzer.

Mit 15 Abbildungen. Preis M. 1.60.

Die

Technik der Sputum-Untersuchung

auf

Tuberkel-Bacillen

nach bisherigen Methoden und eigenen Erfahrungen erläutert

von

Dr. med. **Peter Kaatzer**

in Bad Rehburg.

Zweite Auflage. Preis: 80 Pf.

Verfasser, dem als Badearzt in dem klimatischen Molkenkurorte Rehburg, der vorzugsweise von Lungenkranken besucht wird, die Untersuchung auf Tuberkelbacillen in einigen Hundert Fällen obgelegen hat, bietet auf Grund dieser **dem Praktiker in knapper und sehr klarer Form sein erprobtes Untersuchungsverfahren als brauchbaren Fingerzeig und willkommene Erleichterung, um sicher und rasch die Schwindsuchtsbacillen aufzufinden.**

Die

Ptomaine der Cadaver-Alkaloïde.

Von

Dr. **H. Öffinger,**

Grossherzoglich Badischer Bezirksarzt.

Preis: M. 1.60.

Für den **Gerichtsarzt** und **Gerichts-Chemiker** ist es von ausserordentlicher praktischer Tragweite, eingehende Kenntniss von den Eigenschaften und der Zusammensetzung der bei der Fäulniss sich bildenden basischen Pruducte zu erlangen, um sie mit voller Sicherheit von den von aussen eingeführten Alkaloïden zu unterscheiden. Ebenso ist es auch für die Pathologie und Texikologie dringend geboten, Aufklärung auf diesem dunklen Gebiete zu schaffen, sollen nicht in den bedeutendsten Vergiftungsfällen Irrthümer sich einschleichen.

Druck von Carl Ritter in Wiesbaden.

